



**HAL**  
open science

# Amélioration par SMAT des performances mécaniques de pièces en 316L issues de la fabrication additive (SLM)

Quentin Portella

## ► To cite this version:

Quentin Portella. Amélioration par SMAT des performances mécaniques de pièces en 316L issues de la fabrication additive (SLM). Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Technologie de Troyes, 2021. Français. NNT : 2021TROY0014 . tel-03808756

**HAL Id: tel-03808756**

**<https://theses.hal.science/tel-03808756v1>**

Submitted on 10 Oct 2022

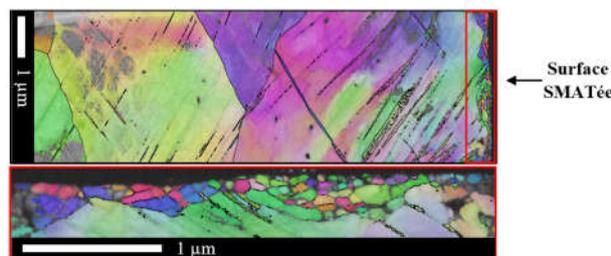
**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

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.

Thèse  
de doctorat  
de l'UTT

**Quentin PORTELLA**

**Amélioration par SMAT  
des performances mécaniques  
de pièces en 316L issues  
de la fabrication additive (SLM)**



**Champ disciplinaire :**  
Sciences pour l'Ingénieur

2021TROY0014

Année 2021

---

---

**THESE**  
*pour l'obtention du grade de*  
**DOCTEUR**  
**de l'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE TROYES**  
**en SCIENCES POUR L'INGENIEUR**

**Spécialité : MATERIAUX, MECANIQUE, OPTIQUE, NANOTECHNOLOGIE**

*présentée et soutenue par*

**Quentin PORTELLA**

*le 10 mai 2021*

---

---

**Amélioration par SMAT des performances mécaniques de pièces  
en 316L issues de la fabrication additive (SLM)**

---

---

**JURY**

Mme Salima BOUVIER	PROFESSEURE DES UNIVERSITES	Présidente
M. Yves NADOT	PROFESSEUR DES UNIVERSITES	Rapporteur
M. Patrice PEYRE	DIRECTEUR DE RECHERCHE CNRS	Rapporteur
M. Hanlin LIAO	PROFESSEUR DES UNIVERSITES	Examineur
M. Xavier SAUVAGE	DIRECTEUR DE RECHERCHE CNRS	Examineur
M. Mahdi CHEMKHI	ENSEIGNANT CHERCHEUR EPF	Directeur de thèse
Mme Delphine RETRAINT	PROFESSEURE DES UNIVERSITES	Directrice de thèse

**Personnalité invitée**

M. Bruno FLAN                      DIRECTEUR PLATINIUM 3D

# REMERCIEMENTS

L'accomplissement de ce travail n'aurait pas été possible sans le soutien et l'expertise de toutes les personnes que j'ai pu rencontrer au cours de ces années de thèse.

Mes premiers remerciements sont tout naturellement destinés à mes directeurs de thèse, Mme Delphine Reira et M. Mahdi Chemkhi. Vous m'avez accueilli au sein du LASMIS et m'avez accordé votre confiance pour mener, sous votre encadrement, ces travaux de thèse. Je ne vous remercierai jamais assez pour votre constant soutien tout au long de ce travail, tant dans les moments simples de partage que dans les moments plus complexes de travail. Votre encadrement, qui va au-delà du travail de thèse, m'a beaucoup appris et je ne saurais vous décrire autrement que comme des personnes humainement bienveillantes. Avoir pu réaliser ce travail sous votre direction est une chance. Merci encore.

Je remercie l'ensemble des membres de mon jury de thèse pour m'avoir fait l'honneur d'en faire partie et pour toutes les remarques et discussions qui ont résulté de mon travail. En particulier, Mme Salima Bouvier pour avoir endossé le rôle de présidente ainsi que MM. Yves Nadot et Patrice Peyre pour avoir rapporté mon manuscrit.

Je tiens à remercier toutes les autres personnes, internes ou externes à l'UTT, avec qui j'ai eu l'occasion de discuter et d'échanger.

Les autres doctorants avec qui les nombreux moments de détente au sein et en dehors du laboratoire ont été bienvenues. Merci à Jérémy, Sashi, Marouene, Donato, Pei Shan, Elia, Fares, Yizhuo, Roula, Israa, Lucas, Xu et bien d'autres.

Les autres membres du LASMIS pour les nombreuses discussions à BroZerland autour d'un café ou d'un repas. Merci à Bruno, Carl, Léa, Manuel, Laurent, Zhidan, Houssein, Benoit, Pascal, Laurence, Pierre-Antoine, Guillaume, Céline. Également un grand merci à Gwenaëlle et Wen Hao de l'Université de Sydney pour les nombreuses réunions et discussions autour des images EBSD.

Les autres membres de l'UTT qui ont pu m'épauler lors de mes expérimentations. Merci à Thomas, Abdellah et François de la Halle industrielle avec qui j'ai eu l'occasion de longuement discuter sur les conceptions de mes portes-échantillons. Merci à Xavier pour les nombreuses attaques chimiques que nous avons réalisées ensemble. Merci à Jean-Philippe pour m'avoir fourni le matériel nécessaire à la mise au point de mon traitement duplex.

Pour finir, mon ultime remerciement est pour Marie qui a toujours été là à mes côtés, du début de notre vie commune lors de notre emménagement jusqu'à la soutenance. L'accomplissement de ce travail de thèse s'est fait en parallèle du développement de notre vie de couple. Nos années à Troyes ont été marquées par de nombreux moments heureux comme la célébration de notre Pacs. Néanmoins, nous avons aussi traversé des moments compliqués. Et à ces moments-là Marie, toujours, tu as toujours été là, jamais tu n'as flanché là où moi j'ai vacillé. Tu as été mon pilier et je fais tout ce qui est mon pouvoir pour être le tien. Je t'aime mon amour.

# Table des matières

Introduction générale.....	1
<b>Chapitre I : État de l'art.....</b>	<b>3</b>
I.1 Contexte de l'étude .....	4
I.2 Synthèse bibliographique sur la fabrication additive (FA) SLM appliquée à l'acier 316L .....	5
I.2.1 Panorama des différents procédés de FA métallique .....	5
I.2.2 Le procédé SLM « Selective Laser Melting ».....	6
I.2.2.1 Principe .....	6
I.2.2.2 Paramètres de fabrication.....	6
I.2.2.3 Production et caractérisation de la poudre .....	9
I.2.3 Formation de la pièce durant le procédé SLM .....	9
I.2.3.1 Interaction particules de poudres - laser durant le procédé SLM.....	9
I.2.3.2 Mécanismes de formation de la microstructure .....	10
I.2.3.3 Mécanismes de formation des défauts en SLM .....	14
I.2.4 Propriétés mécaniques des aciers obtenus par SLM .....	15
I.2.5 Conclusion .....	17
I.3 Synthèse bibliographique sur les post-traitements .....	18
I.3.1 Panorama des différents post-traitements appliqués aux aciers 316L SLM.....	18
I.3.2 Post-traitements mécaniques .....	20
I.3.2.1 Les divers procédés de traitement de surface par SPD .....	20
I.3.2.2 Le procédé SMAT.....	21
I.3.2.3 Mécanisme de durcissement et de nanocristallisation.....	22
I.3.2.4 Microstructure des aciers 316L conventionnels SMATés .....	23
I.3.2.5 Propriétés mécaniques des aciers 316L conventionnels SMATés .....	25
I.4 Synthèse des propriétés mécaniques des aciers 316L conventionnels, SLM et post-traités .....	26
I.5 Conclusion .....	27
<b>Chapitre II : Etude microstructurale .....</b>	<b>28</b>
II.1 Introduction.....	29
II.2 Définition des traitements et du matériau d'étude .....	29
II.2.1 Traitements SMAT et thermiques employés .....	29
II.2.2 Caractérisation de la poudre d'acier 316L .....	29
II.2.3 Procédé de fabrication .....	32
II.2.3.1 Géométrie des éprouvettes réalisées pour l'étude.....	32
II.2.3.2 Paramètres de fabrication employés .....	33
II.3 Caractérisation des pièces fabriquées .....	33
II.3.1 Caractérisation de la surface .....	33
II.3.1.1 Observation de la dernière couche lasée.....	33

II.3.1.2	Caractérisation de la surface externe .....	35
II.3.2	Analyse par diffraction des rayons X.....	37
II.3.2.1	Phases en présence.....	37
II.3.2.2	Analyse de la déformation du réseau cristallin .....	40
II.3.2.2.1	Principe.....	40
II.3.2.2.2	Application à la détermination de la densité de dislocations .....	41
II.3.3	Caractérisation de la porosité.....	42
II.3.3.1	Par microscopie numérique .....	43
II.3.3.2	Par la méthode d'Archimède .....	45
II.3.3.3	Par tomographie X.....	46
II.4	Etude de la microstructure .....	51
II.4.1	Par Microscopie numérique .....	51
II.4.2	Par Microscopie Electronique à Balayage .....	55
II.4.3	Par EBSD.....	57
II.4.4	Utilisation de lames minces .....	62
II.4.4.1	Echantillons utilisés .....	62
II.4.4.2	Observation de la sous-couche par TKD .....	63
II.4.4.3	Cellules de dislocations .....	64
II.4.5	Hypothèse du rôle de la structure cellulaire.....	64
II.5	Conclusion .....	65
<b>Chapitre III : Etude des propriétés mécaniques .....</b>		<b>67</b>
III.1	Introduction .....	68
III.2	Evolution des propriétés du matériau .....	68
III.2.1	Rugosité.....	68
III.2.2	Analyse de la micro-dureté Vickers .....	70
III.2.3	Profils de contraintes résiduelles .....	71
III.3	Comportement en traction .....	74
III.3.1	Dispositif expérimental .....	74
III.3.2	Résultats expérimentaux.....	75
III.3.3	Faciès de rupture.....	80
III.3.4	Discussion sur les mécanismes de renforcement.....	82
III.4	Comportement en fatigue en flexion alternée.....	84
III.4.1	Dispositif expérimental .....	84
III.4.2	Résultats expérimentaux.....	85
III.4.3	Initiation de fissures .....	88
III.4.4	Faciès de rupture.....	91
III.4.5	Discussion sur la propagation de fissures.....	94

III.5 Conclusion.....	96
<b>Chapitre IV : Mise au point d'un traitement duplex thermo-mécanique (SMAT/TT).....</b>	<b>98</b>
IV.1 Introduction.....	99
IV.2 Post-traitement duplex avec chauffage par rayonnement infrarouge (S&HT : SMAT and Heat-Treated) .....	99
IV.2.1 Mise au point.....	99
IV.2.2 Propriétés mécaniques obtenues.....	102
IV.2.3 Conclusion.....	104
IV.3 Post-traitement duplex avec chauffage par passage d'un courant électrique (S&ET : SMAT and Electro-Treated).....	104
IV.3.1 Etat de l'art.....	105
IV.3.2 Mise au point.....	111
IV.3.3 Propriétés mécaniques obtenues.....	115
IV.4 Discussion sur le choix de la méthode de mise en température .....	122
IV.5 Conclusion.....	124
Conclusion générale .....	126
Perspectives .....	128
Références .....	130

# Introduction générale

C'est en 1984 que la première technique de fabrication basée sur la superposition de couches de matière est brevetée (Hull, 1989). Ainsi, l'Américain Charles W. Hull donne naissance à ce qui deviendra la Fabrication Additive (FA) telle qu'on la connaît. Il faudra attendre plus d'une vingtaine d'années pour que ces méthodes de fabrication se perfectionnent, permettant ainsi à la communauté scientifique d'investir pleinement ce domaine de recherche. Depuis 2010, le nombre d'articles publiés ayant pour mot-clef « Additive Manufacturing » est en augmentation exponentielle (6 000 documents référencés en 2019).

La FA repose sur un principe en totale opposition à la fabrication conventionnelle soustractive, comme peut l'être l'usinage. En effet, la pièce est réalisée via un empilement successif de couches de matière. Cette méthode de fabrication constitue une véritable révolution, l'un des principaux avantages liés à cette technique étant la liberté totale de conception. Du domaine médical avec des prothèses adaptées à chaque patient à la fabrication d'aubes de turbine creuses dans l'industrie aéronautique, tous les secteurs sont touchés. A cela s'ajoute une rapidité de fabrication ainsi qu'un gaspillage de matière minimal permettant un prototypage des pièces toujours plus rapide et économique. Néanmoins, la FA n'est pas exempte de défauts. De nombreux facteurs affectent négativement les propriétés mécaniques des pièces ainsi fabriquées, à savoir la qualité de surface particulièrement médiocre, des contraintes résiduelles de traction en sous-couche ainsi que des porosités formées au cours de la fabrication. Une amélioration des propriétés de surface de la pièce via l'application d'un post-traitement est un moyen efficace pour limiter ces défauts et améliorer ainsi la tenue mécanique globale de la pièce.

C'est ce que permet en particulier le traitement SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment), un post-traitement de surface breveté et employé au LASMIS (Lu and Lu, 2006, 2007). Son principe est basé sur des impacts successifs de la surface de la pièce à traiter par des billes projetées dans des directions aléatoires au moyen d'une sonotrode. La principale conséquence de ce traitement est l'écroutissage de la zone sous la surface traitée de l'échantillon dans laquelle une couche nanostructurée superficielle d'une épaisseur de quelques micromètres est générée. Ces grains de tailles nanométriques, formés par la subdivision des grains initiaux par déformation plastique sévère, possèdent des propriétés mécaniques bien supérieures par rapport aux grains initiaux, permettant ainsi d'améliorer la tenue mécanique globale de la pièce traitée. L'inconvénient majeur du traitement SMAT est la diminution de la ductilité des pièces traitées, qui de fait, en limite leurs usages. Les traitements thermiques de recuit sont les moyens les plus employés pour, aussi bien homogénéiser l'état des contraintes résiduelles d'une pièce que sa microstructure mais également pour restaurer la ductilité des échantillons après divers traitements.

Ce travail a pour objectif d'étudier l'effet de traitements SMAT et de traitements thermiques employés de manière individuelle ou simultanée, sur des pièces en acier 316L réalisées par la technique de fusion laser sur lit de poudre (SLM). L'objectif est de pouvoir remédier aux principaux défauts liés à cette méthode de fabrication et permettre d'augmenter les propriétés mécaniques des échantillons traités.

Le premier chapitre est consacré à la présentation du contexte de l'étude et à une synthèse bibliographique retraçant toutes les étapes de fabrication, de la poudre à la pièce, appliquée à l'acier 316L obtenu par SLM. La microstructure, les défauts et les propriétés mécaniques présentés pour l'acier 316L SLM seront décrits. Les conséquences de divers post-traitements (thermique, thermo-chimique, mécanique) autre que le SMAT appliqués à l'acier 316L conçu par SLM seront également énumérées. Pour finir, le principe du traitement SMAT sera présenté ainsi que ses effets sur des échantillons en acier 316L obtenus par voie conventionnelle, aucune étude sur le SMAT appliqué à l'acier 316L SLM n'existant dans la littérature à notre connaissance.

Le deuxième chapitre débute par une brève description des post-traitements employés ainsi que des conditions de fabrication des éprouvettes utilisées lors de ce travail. Les phases en présence ainsi que la porosité des échantillons, traités ou non, seront déterminées pour étudier l'impact de ces différents traitements. Par la suite, les microstructures des échantillons bruts et traités seront étudiées à différentes échelles, via l'utilisation de la microscopie numérique, la microscopie électronique à balayage ainsi que par l'emploi de lames minces observées sous microscopie électronique en transmission. Le mécanisme de nanostructuration pourra ainsi être confirmé et comparé à celui de l'acier 316L conventionnel.

Le troisième chapitre traite des propriétés mécaniques de traction et de fatigue des échantillons en acier 316L réalisés par SLM ainsi que post-traités par un traitement SMAT ou par un traitement thermique. L'évolution de la microstructure étudiée dans le chapitre précédent suivant les différents post-traitements employés permettra de faire le lien avec l'évolution des propriétés mécaniques. Le développement de la fissuration lors d'essais de fatigue sera étudié pour les cas brut et SMATé.

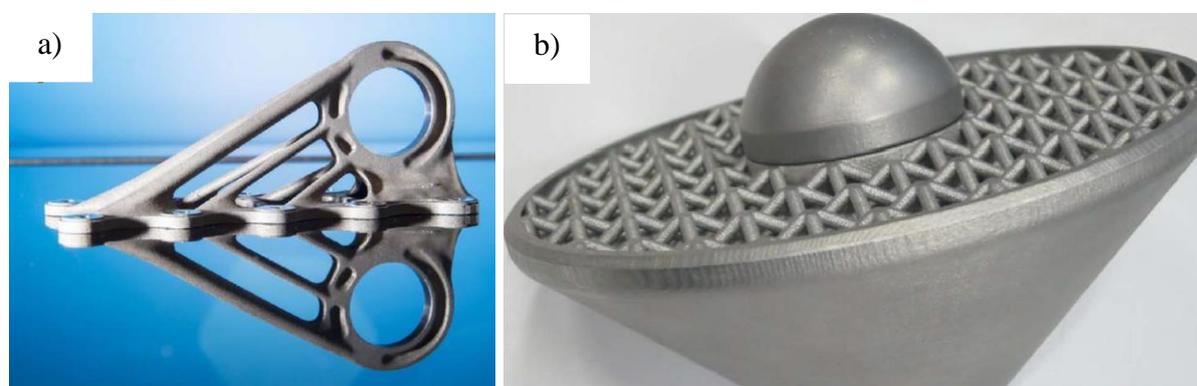
Le quatrième chapitre décrit deux méthodes de couplage employées pour effectuer un traitement duplex rassemblant le traitement SMAT et un traitement thermique en simultané. Une première méthode consiste en l'utilisation d'un système déjà à disposition au laboratoire LASMIS tandis qu'une seconde méthode a été développée pour remédier à certaines contraintes de la première. Le post-traitement duplex effectué à différentes températures sur des éprouvettes en acier 316L SLM permet de quantifier son effet sur la conservation de la ductilité des éprouvettes par rapport à un traitement SMAT seul.

# Chapitre I : État de l'art

<b>Chapitre I : État de l'art</b> .....	<b>3</b>
I.1 Contexte de l'étude .....	4
I.2 Synthèse bibliographique sur la fabrication additive (FA) SLM appliquée à l'acier 316L .....	5
I.2.1 Panorama des différents procédés de FA métallique .....	5
I.2.2 Le procédé SLM « Selective Laser Melting ».....	6
I.2.2.1 Principe .....	6
I.2.2.2 Paramètres de fabrication.....	6
I.2.2.3 Production et caractérisation de la poudre .....	9
I.2.3 Formation de la pièce durant le procédé SLM .....	9
I.2.3.1 Interaction particules de poudres - laser durant le procédé SLM.....	9
I.2.3.2 Mécanismes de formation de la microstructure .....	10
I.2.3.3 Mécanismes de formation des défauts en SLM .....	14
I.2.4 Propriétés mécaniques des aciers obtenus par SLM .....	15
I.2.5 Conclusion .....	17
I.3 Synthèse bibliographique sur les post-traitements .....	18
I.3.1 Panorama des différents post-traitements appliqués aux aciers 316L SLM.....	18
I.3.2 Post-traitements mécaniques .....	20
I.3.2.1 Les divers procédés de traitement de surface par SPD .....	20
I.3.2.2 Le procédé SMAT.....	21
I.3.2.3 Mécanisme de durcissement et de nanocristallisation.....	22
I.3.2.4 Microstructure des aciers 316L conventionnels SMATés .....	23
I.3.2.5 Propriétés mécaniques des aciers 316L conventionnels SMATés .....	25
I.4 Synthèse des propriétés mécaniques des aciers 316L conventionnels, SLM et post-traités .....	26
I.5 Conclusion .....	27

## I.1 Contexte de l'étude

Avant l'apparition et le déploiement de la fabrication additive (FA), la fabrication industrielle des pièces se faisait par des procédés conventionnels dits « soustractifs » au cours desquels la matière est retirée par étapes successives pour obtenir la pièce finale. La FA, dont le principe sera détaillé dans le paragraphe suivant, octroie une liberté quasi-totale de conception. Cette technologie a su éprouver sa faisabilité de par son implantation dans des secteurs industriels au niveau de sécurité drastique, tel que le secteur aéronautique ou spatial (Huang et al., 2013). La Figure I. 1a présente ainsi un support de cabine d'un Airbus A350 XWB qui est respectivement de 30% et 75% plus faible en coût matière et en temps de fabrication qu'une pièce similaire usinée. Le domaine spatial a également un intérêt certain à utiliser cette technologie, notamment pour la fabrication de structure en treillis. Cela permet notamment la réalisation de prototype de capsule de retour sur Terre développé par l'agence spatiale européenne (ESA) dont la structure en treillis visible sur la Figure I. 1b permet au prototype de présenter une faible densité, une faible conductivité thermique ainsi qu'une capacité à absorber de grandes quantités d'énergie.



**Figure I. 1 :** a) Support de cabine d'un Airbus A350 XWB (Ngo et al., 2018), b) Structure protectrice pour le retour sur Terre d'échantillons provenant de Mars (Ngo et al., 2018).

Cependant, plusieurs problèmes scientifiques et technologiques entravent le développement de la FA au niveau industriel. Ainsi, ceux-ci concernent la qualité des pièces produites en FA, notamment la présence de défauts dans ces pièces tels que la porosité, un mauvais état de surface, des distorsions ou encore des contraintes résiduelles de traction en surface (DebRoy et al., 2018). Parmi les solutions les plus utilisées dans la littérature pour essayer de réduire la porosité ou encore les distorsions des pièces issues du procédé de FA ou encore pour améliorer leur état de surface, figurent la maîtrise des nombreux paramètres de fabrication, ainsi que l'interaction laser-matière, ou encore l'utilisation de post-traitements thermiques. Le problème majeur de la plupart de ces post-traitements thermiques est que la baisse des contraintes résiduelles est généralement accompagnée d'une perte des propriétés mécaniques de ces pièces.

Ainsi, il est souhaitable de proposer une nouvelle voie de traitement afin de garder les propriétés mécaniques voire d'améliorer encore les performances des pièces obtenues par cette voie. C'est pour cette raison que cette thèse s'intéresse à l'utilisation d'un traitement de surface mécanique, Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) appliqué à des pièces en acier 316L réalisées par la technique de FA SLM (Selective Laser Melting).

La section dédiée au traitement SMAT et à ses conséquences permettra de constater que ce traitement est un candidat idéal pour la réduction des défauts inhérents à la FA. Néanmoins, le traitement SMAT implique une diminution de la ductilité des échantillons ainsi traités (Olugbade and Lu, 2020). Ainsi, l'objectif premier de cette thèse est d'étudier les effets de post-traitements (mécaniques et thermiques) destinés aux pièces issues de la FA métallique obtenues par SLM. Un protocole expérimental sur la

combinaison de deux traitements de surface optimisés que sont le SMAT et un traitement thermique sera par la suite proposé. Les propriétés mécaniques générées par le couplage de ces deux traitements en comparaison à l'utilisation d'un seul traitement seront étudiées dans le but d'atteindre un post-traitement optimal. Pour parvenir à ce dernier point, plusieurs étapes sont à réaliser. D'une part, quantifier les propriétés mécaniques obtenues sur les pièces en acier 316L SLM. Réaliser par la suite différents traitements mécaniques (SMAT) et thermiques sur ces éprouvettes afin d'en déterminer les modifications microstructurales et mécaniques (réponse en traction, fatigue, champ de contraintes résiduelles générées). Une précision supplémentaire sera apportée concernant l'influence de la microstructure singulière des pièces en acier 316L obtenues par FA SLM sur la réponse au traitement SMAT. D'autre part, une méthode de mise en température sera définie afin de pouvoir combiner celle-ci avec le traitement SMAT, un porte-échantillon dédié permettant ce double traitement sera réalisé. Une fois toutes ces étapes réalisées, les éprouvettes en acier 316L SLM seront traitées par ce traitement duplex et les effets de ce traitement par rapport au traitement SMAT seul seront déterminés et comparés.

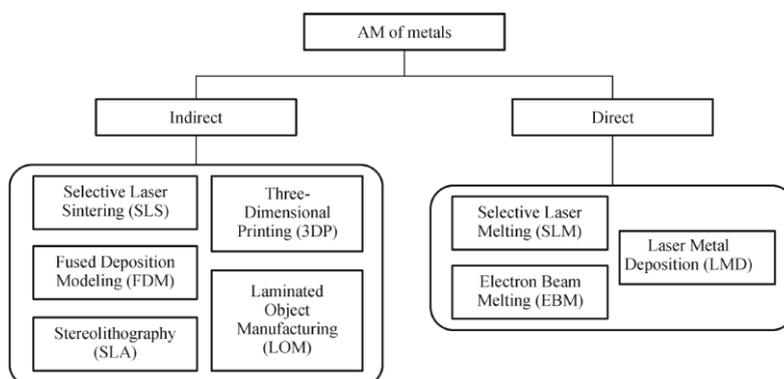
Ce premier chapitre va tout d'abord permettre de synthétiser, aux travers de différentes études, les notions évoquées précédemment. Plus précisément, la FA SLM appliquée à l'acier 316L, la description du traitement SMAT et les divers traitements (à la fois mécaniques et thermiques) déjà effectués sur l'acier 316L SLM.

## I.2 Synthèse bibliographique sur la fabrication additive (FA) SLM appliquée à l'acier 316L

La FA est un procédé dont l'application englobe tous types de matériaux, des polymères (Wang et al., 2017), aux céramiques (Z. Chen et al., 2019) et notamment les métaux (Frazier, 2014). Cette dernière catégorie englobe aussi bien l'aluminium (Aboulkhair et al., 2019), le titane (Uhlmann et al., 2015) que les aciers (Bajaj et al., 2020).

### I.2.1 Panorama des différents procédés de FA métallique

La FA est définie par la norme internationale ISO/ASTM 52900 (2015) comme étant « un procédé consistant à assembler des matériaux pour fabriquer des pièces à partir de données de modèle en 3D, en général couche après couche, à l'inverse des méthodes de fabrication soustractive ». Au sein même de cette définition s'intègre plusieurs procédés de FA. Concernant son application aux matériaux métalliques, la FA est classée suivant deux catégories de procédés, les procédés dits « directs » et ceux « indirects ».



**Tableau I. 1 : Tableau présentant les différents procédés de FA métallique entre ceux dits directs et indirects (Guo and Leu, 2013).**

Le Tableau I. 1 présente les deux catégories liées à la FA métallique ainsi que les techniques rattachées à ces catégories. Les procédés indirects tel que le frittage sélectif par laser (Selective Laser Sintering)

utilisent un liant à base de polymère chargé en particules de poudres afin de réaliser la forme géométrique de l'éprouvette. Durant la fabrication, les particules de poudres contenues dans le liant sont élevées à une température suffisante pour activer le frittage mais sans atteindre la fusion. Le frittage des poudres permet ainsi de conférer une cohésion globale à l'ensemble de la pièce. Une fois la fabrication terminée, le liant polymère doit être retiré par une étape de déliantage. Par la suite, un post-traitement thermique est appliqué à la pièce pour permettre d'atteindre une densification maximale. Le procédé est dit « direct » lorsqu'aucune étape suivant la fabrication n'est nécessaire à l'utilisation des pièces, comme par exemple le procédé SLM utilisé dans cette étude au cours duquel les particules de poudres sont directement fusionnées entre elles sous l'action du laser. Les différentes étapes du procédé SLM sont décrites dans le paragraphe suivant.

### I.2.2 Le procédé SLM « Selective Laser Melting »

#### I.2.2.1 Principe

Le principe de la technique de fabrication SLM est illustré sur la Figure I. 2. La machine est constituée de deux pistons, un d'alimentation en poudre et un de fabrication sur lequel la pièce est conçue. Afin de réaliser la fusion du lit de poudre déposé sur le plateau de fabrication au moyen d'un racleur (ou un rouleau), un laser, d'une énergie équivalente à une centaine de watts est dirigé sur le lit de poudre via un miroir permettant ainsi de contrôler sa vitesse ainsi que sa trajectoire.

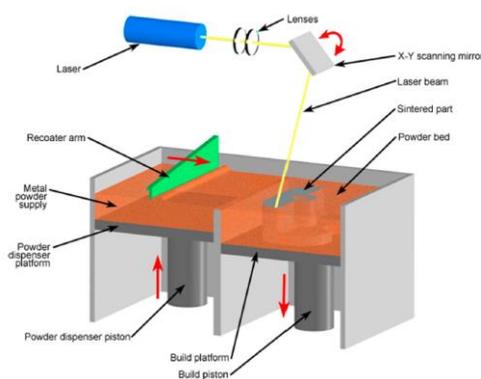


Figure I. 2 : Schéma illustrant le procédé SLM (Sames et al., 2016).

Les différentes étapes pour la réalisation d'une pièce peuvent être décrites comme suit :

- Le plateau d'alimentation en poudre s'élève d'une hauteur de couche  $h$  définie. Simultanément, le plateau de fabrication s'abaisse de cette même hauteur.
- Le racleur pousse la couche de poudre dépassant du plateau d'alimentation pour l'étaler uniformément sur le plateau de fabrication.
- Le laser fusionne la poudre en suivant la trajectoire définie de la couche issue du modèle 3D au moyen du miroir.
- Une fois le lasage de la couche réalisée, les étapes précédentes sont effectuées dans le même ordre jusqu'à la réalisation complète des couches du modèle 3D.

Par la suite, l'excédent de poudre est retiré et les pièces sont extraites du substrat sur lesquelles elles ont été réalisées. Les différentes étapes de conception d'une couche présentées précédemment sont le résultat d'un certain nombre d'actions, elles-mêmes définies par plusieurs paramètres.

#### I.2.2.2 Paramètres de fabrication

Le Tableau I. 2 présente les différents paramètres de fabrication intervenant dans le procédé SLM. Bien que la bonne définition de chacun de ces paramètres soit primordiale pour la conception des pièces, ils peuvent être classés en différentes catégories.

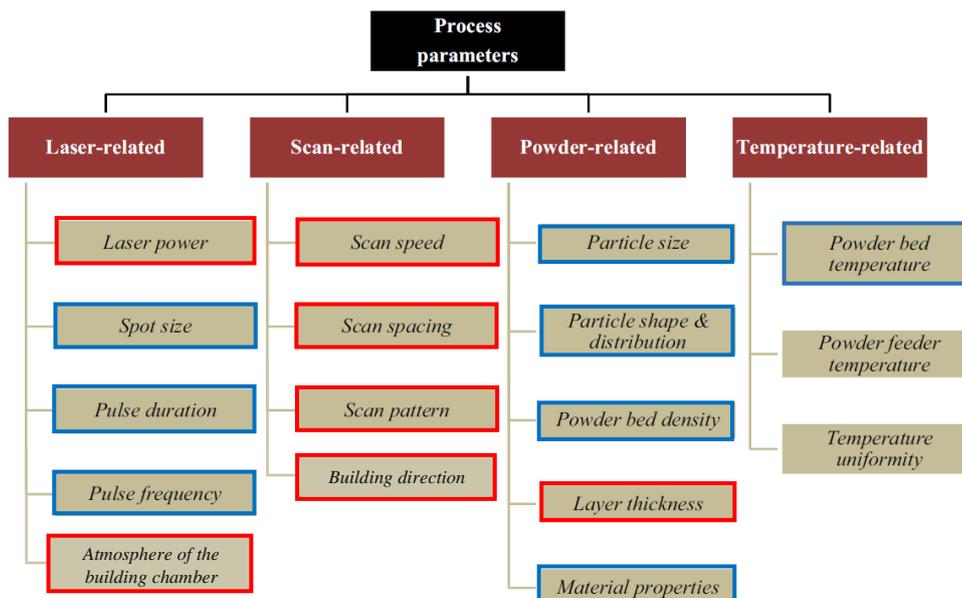


Tableau I. 2 : Paramètres contrôlant le processus SLM, modifié depuis (Aboulkhair et al., 2019).

Tout d’abord, ceux qualifiés de « principaux » — dans le sens où ces paramètres seuls optimisés ou non sont techniquement suffisant à l’élaboration d’un échantillon — encadrés en rouge dans le Tableau I. 2 rassemblent :

- la puissance du laser  $P$ , exprimée en Watt,
- la vitesse de balayage du laser (exécutée par le miroir)  $v$ , exprimée en m/s,
- la hauteur de couche de poudre  $h$ , exprimée en  $\mu\text{m}$ ,
- l’espacement du passage du laser au sein d’une couche  $e$ , exprimé en  $\mu\text{m}$ ,
- la stratégie de lasage,
- la direction de fabrication (paramètre rajouté dans le Tableau I. 2),
- l’atmosphère de la chambre de fabrication (paramètre rajouté dans le Tableau I. 2).

Les quatre premiers paramètres de cette liste sont rassemblés au sein d’une formule, dénommée la densité volumique d’énergie  $E$ , exprimée en  $\text{J}/\text{mm}^3$ , correspondant à  $\frac{P}{v \cdot h \cdot e}$ . Cette dénomination est largement employée dans les articles traitant des paramètres de FA par SLM car cela permet une analyse plus synthétique de l’effet des paramètres et donne notamment la possibilité de confronter des résultats avec d’autres études utilisant cette même dénomination. L’étude de ces différents paramètres sur les propriétés mécaniques des pièces conçues par SLM a pu être développée par de nombreux auteurs (Choi et al., 2016; Miranda et al., 2016; Liverani et al., 2017; Tucho et al., 2018; Larimian et al., 2020; Röttger et al., 2020) mettant en évidence une interdépendance de ces paramètres et l’existence de valeurs critiques de  $E$  pour l’optimisation de ces propriétés. Néanmoins, les conclusions tirées de cet unique paramètre sont à manier avec précaution du fait de l’incapacité de ce dernier à saisir la physique complexe de la fusion (Scipioni Bertoli et al., 2017). L’ajout de paramètres renseignant des caractéristiques physiques de la matière à fusionner (absorptivité, masse volumique) permet la construction d’une formule de densité énergétique équivalente normalisée, permettant un meilleur choix des paramètres (Thomas et al., 2016).

Les trois derniers paramètres de cette liste ne rentrant pas en compte dans la formulation de  $E$  — la stratégie de lasage, la direction de fabrication et l’atmosphère de la chambre de fabrication — sont tout aussi importants pour le bon déroulement de la fabrication ainsi que pour les propriétés finales des pièces.

La stratégie de lasage est également à définir avant la fabrication, celle-ci ne se résumant pas à un simple aller-retour répété sur toutes les couches. La trajectoire de lasage peut être modifiée d'une couche à l'autre, permettant ainsi une bonne cohésion de la couche lasée avec la couche inférieure (Jhabvala et al., 2010; Cheng et al., 2016; Ali et al., 2018) et également permettant de limiter les contraintes résiduelles (D. Wang et al., 2018). Celle-ci peut influencer durablement les propriétés mécaniques (Salman et al., 2019a). Une stratégie de lasage peut également consister à conserver les mêmes trajectoires d'une couche à l'autre mais en y imposant une rotation d'un certain angle (Leicht et al., 2020). La direction de fabrication de la pièce est un paramètre important à prendre en considération. En effet, bien que la fabrication soit possible dans toutes les directions au moyen de fabrication de support retirés après fabrication, la distorsion de la surface va être dépendante de nombreux paramètres tels que l'angle d'inclinaison ou la puissance du laser (Wang et al., 2013). Les propriétés en traction des pièces en acier 316L SLM varient suivant la direction de fabrication employées dont les résultats peuvent être significatifs (Deev et al., 2016; Alsalla et al., 2018), voire ténus (Barkia et al., 2020; Song et al., 2020). De manière générale, la direction de fabrication horizontale offre de meilleurs résultats que la verticale.

Pour finir sur les paramètres principaux, l'atmosphère dans laquelle la fusion des couches a lieu est contrôlée, ainsi l'enceinte contient un gaz inerte afin de limiter au maximum l'oxydation des particules de poudres durant la fabrication. Différents gaz, comme l'argon et l'hélium peuvent être employés pour comparer les propriétés mécaniques des pièces ainsi produites (Pauzon et al., 2019). Le mélange de différents gaz (hélium et argon) dont chacun alloue des propriétés mécaniques spécifiques aux pièces est également utilisé pour optimiser la fabrication (Pauzon et al., 2020).

Concernant les paramètres restant du Tableau I. 2, ceux-ci sont qualifiés de « secondaires » — dans le sens que leur optimisation permet d'atteindre une fabrication de meilleure qualité en terme de propriétés mécaniques — , à savoir :

- la température du plateau de fabrication, exprimée en °C,
- le diamètre du faisceau laser, exprimé en  $\mu\text{m}$ ,
- la fréquence de pulsation du faisceau laser, exprimée en  $\mu\text{s}$ ,
- la poudre employée (taille, forme, composition).

Le plateau de fabrication a la possibilité d'être chauffé durant la conception de la pièce. Ce chauffage va permettre de limiter les effets négatifs des forts gradients thermiques inhérents à cette méthode de fabrication sur les pièces, responsables de fissurations voire de délaminage (Zaeh and Ott, 2011; Kempen et al., 2014). Le diamètre du faisceau laser peut être réduit ou élargi (Shi et al., 2018) permettant de modifier la quantité d'énergie transmise à la couche de poudre. Le faisceau laser peut également être défocalisé par rapport à la surface de la couche de poudre (Metelkova et al., 2018) permettant de contrôler la forme du bain de fusion. La fréquence de pulsation est également étudiée, mettant en évidence que l'utilisation d'une onde pulsée génère beaucoup de défauts et est donc à réserver pour la réalisation de structures lattices ou de caractéristiques géométriques précises (Demir et al., 2017). Le dernier paramètre influençant la fabrication est le matériau à fusionner lui-même, celui-ci fera l'objet de la prochaine section.

Ainsi, les différents paramètres du Tableau I. 2 cités précédemment attestent de la nécessité de les optimiser pour obtenir les meilleures propriétés mécaniques possibles. Deux paramètres du Tableau I. 2 n'ont pas été catégorisés comme principaux ou secondaires. En effet, ceux-ci font référence à la température de la couche de poudre et à l'homogénéité de la température dans la chambre de fabrication. Le chauffage du plateau de fabrication évoqué précédemment induit, du fait que la poudre repose sur ce plateau, le chauffage de celle-ci et contribue ainsi à l'homogénéité de la température dans la chambre. C'est pour cette raison que ces deux paramètres n'ont pas été catégorisés. Néanmoins, il existe une méthode pour chauffer la poudre en évitant le chauffage du plateau de fabrication qui consiste à employer un second laser avec une énergie bien moindre, précédent le premier dans le lasage de la couche. Ainsi, la couche de poudre est préchauffée avant d'être fusionnée (Papadakis et al., 2018).

### I.2.2.3 Production et caractérisation de la poudre

La poudre d'acier 316L utilisée dans les procédés SLM est la plus souvent obtenue par la méthode d'atomisation. Celle-ci, comme illustrée sur la Figure I. 3a consiste à faire passer en phase liquide le matériau dans un entonnoir où, à sa sortie, un flux d'eau ou de gaz inerte est projeté sur le liquide, ce qui a pour effet d'atomiser celui-ci (Lagutkin et al., 2004). Une atomisation par plasma (Figure I. 3b) est également un procédé utilisé dans lequel le matériau est directement atomisé via des torches plasma (Chen et al., 2018).

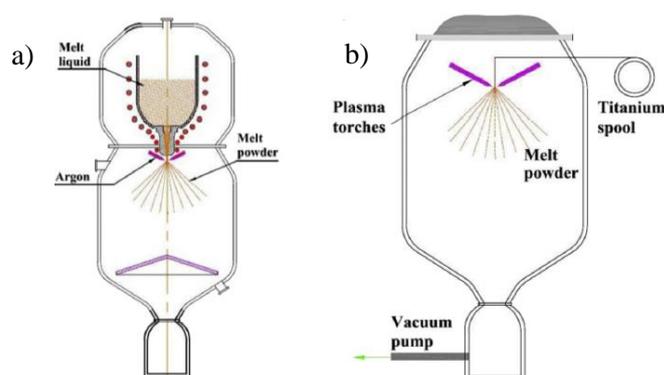


Figure I. 3 : Schéma illustrant le procédé d'atomisation par a) gaz, b) plasma (Chen et al., 2018).

Il en résulte la formation de particules de tailles et de formes diverses suivant les conditions d'atomisation. Ainsi, les propriétés de la poudre employée vont directement impacter l'interaction entre celle-ci et le laser.

Une atomisation à l'eau ou à l'argon a des conséquences sur la forme des particules, ainsi que la capacité du lit de poudre à fritter (Koseski et al., 2005; Li et al., 2010). La réalisation d'échantillons en SLM de quelque forme ou taille que ce soit n'utilise jamais la totalité de la poudre déposée sur le plateau de fabrication. En conséquence, la réutilisation de cette poudre déposée mais non fusionnée permet une utilisation optimale de la matière. Ainsi, la faisabilité d'une réutilisation d'un même lot de poudre non fusionnée a pu être étudiée au travers de divers critères tels que la forme des particules recyclées, de leur composition, de même pour les propriétés mécaniques des pièces fabriquées avec ces lots recyclés (Terrassa et al., 2018; Gorji et al., 2019; Saboori et al., 2019) laissant entrevoir des perspectives de réutilisation fonctionnelle d'un même lot de poudre.

Lors du lasage d'une couche de poudre, de nombreux phénomènes entrent en jeu, modifiant la réponse du lit de poudre au laser avant et après la formation de la microstructure, comme présenté dans la section suivante.

## I.2.3 Formation de la pièce durant le procédé SLM

### I.2.3.1 Interaction particules de poudres - laser durant le procédé SLM

L'interaction entre le lit de poudre et le laser induit un nombre important de phénomènes synthétisés sur la Figure I. 4. L'action du laser sur le lit de poudre va avoir pour conséquence de fusionner des particules entre elles, d'oxyder partiellement voire totalement certaines. Différents types de projections sont également identifiés : les projections de gouttelettes, produites par la séparation du métal fondu, et les projections de poudre, formées lorsque des particules de poudre métallique non fondues autour du bassin de fusion sont emportées par la vapeur métallique. Ces derniers ont pour conséquence d'introduire une quantité plus importantes de défauts au cours de la fabrication, diminuant ainsi les propriétés mécaniques (Liu et al., 2015).

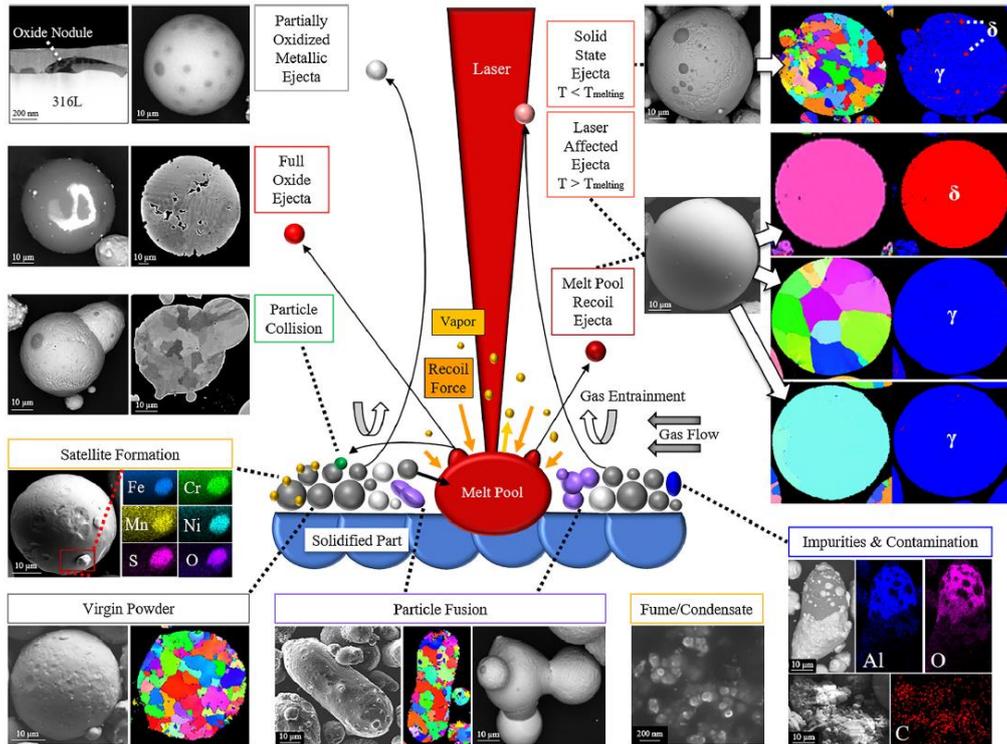


Figure I. 4 : Interactions particules de poudres – laser répertoriées durant le procédé de fusion laser sur lit de poudre pour l'acier 316L (Heiden et al., 2019).

Une fois que les particules de poudres passent en phase liquide, le refroidissement de cette phase va être le lieu de la formation d'une microstructure prenant des caractéristiques atypiques à différentes échelles d'observation.

### I.2.3.2 Mécanismes de formation de la microstructure

Avant de présenter la microstructure de l'acier 316L SLM, il convient de présenter la microstructure d'un acier 316L conventionnel, afin de pouvoir comparer les microstructures obtenues suivant le procédé employé.

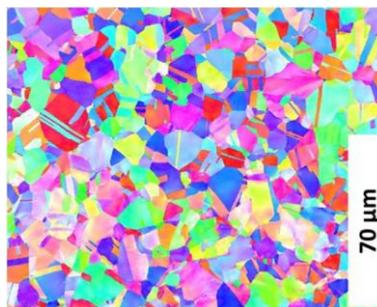
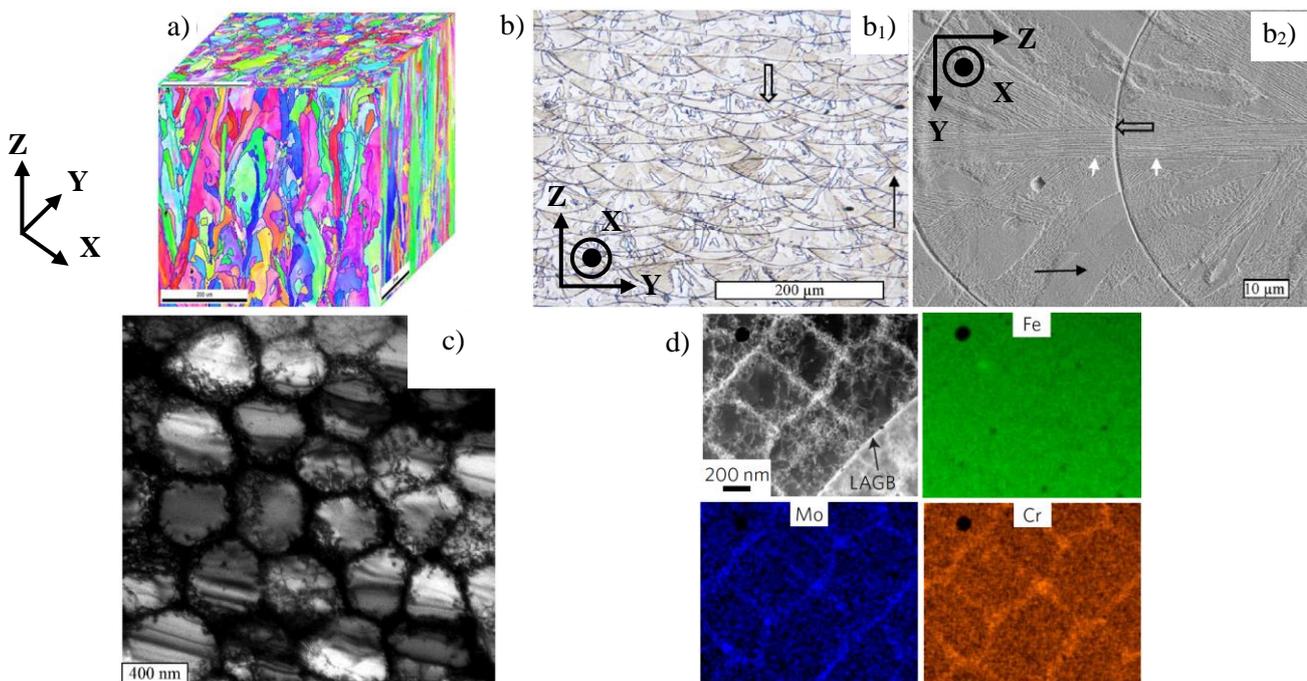


Figure I. 5 : Image EBSD de la microstructure d'un acier 316L conventionnel (Wu et al., 2019).

La Figure I. 5 présente une image EBSD de l'acier 316L obtenu via des procédés conventionnels (forgeage par exemple). La représentation EBSD (dont le descriptif de la méthode peut être retrouvé en annexe) permet d'analyser la forme ainsi que la taille des grains. La microstructure présente des grains équiaxes avec une fraction non négligeable de macles résultantes du mode de fabrication de l'acier. La microstructure typique d'un acier 316L conventionnel ayant été abordée, celle de l'acier 316L SLM peut être décrite.

La microstructure générée via les procédés de fusion laser sur lit de poudre appliqués aux aciers 316L présente des aspects singuliers à différents niveaux de résolution d'observation. Ainsi, la Figure I. 6a présente la microstructure d'un échantillon d'acier 316L SLM observée par EBSD suivant les trois plans XY, XZ et YZ usuellement intégré sous la forme d'un cube en 3D. Les grains observés sont allongés dans la direction de fabrication, la refusion constante opérée couche après couche lors de la fabrication réactive la croissance des grains dans la direction de fabrication. En observant plus précisément la manière dont sont formés les grains, la Figure I. 6b<sub>1</sub> présente une image optique des bains de fusion ainsi qu'une image MEB de la microstructure à l'intérieur de ces bains. Les bains de fusion, identifiables par leurs formes semi-elliptiques (voir Figure I. 7a pour observer la forme d'un bain de fusion) sont clairement discernables, de même que chaque couche peut être isolée (pouvant être reliée à la hauteur de couche  $h$  employée). L'intérieur de chacun de ces bains observé sous MEB dans la Figure I. 6b<sub>2</sub> présente une microstructure cellulaire pouvant prendre différentes orientations/formes. La réactivation de la croissance des grains du fait de la refusion évoquée précédemment est clairement observée par le franchissement de la frontière d'un bain de fusion (localisée par une flèche noire creuse) par une structure colonnaire (localisée par des flèches blanches pleines).

L'observation à une échelle plus fine par MET de cette structure cellulaire indique la présence d'un enchevêtrement de dislocations à la frontière de chacune des cellules (Figure I. 6c). En plus de la présence de dislocations, l'analyse chimique sur la Figure I. 6d permet de mettre en évidence la ségrégation d'éléments chimiques à la frontière de ces cellules, et notamment le Cr et le Mo.



**Figure I. 6 :** a) Représentation 3D EBSD d'un échantillon en acier 316L SLM (Kong et al., 2019), b) Image optique des bains de fusion et image MEB de la microstructure interne à ces mêmes bains (Tucho et al., 2018), c) Image MET présentant le réseau de dislocations intégré à la structure cellulaire de l'image MEB (Tucho et al., 2018) et d) Ségrégation des éléments chimiques Cr et Mo à la frontière de la structure cellulaire (Y. M. Wang et al., 2018) .

A présent qu'il a été décrit globalement la microstructure de l'acier 316L à différentes échelles, les paragraphes suivants vont tâcher d'en apporter les explications physiques.

L'image MEB de la Figure I. 6b<sub>2</sub> montre, comme évoqué précédemment, une microstructure cellulaire. Celle-ci peut être décrite suivant deux caractéristiques, son orientation de croissance et sa forme/taille. Ces deux caractéristiques sont localement différentes à l'intérieur du bain de fusion. Pour en expliquer tout d'abord la première caractéristique, l'orientation de croissance de la microstructure cellulaire, il est nécessaire d'étudier le cas d'un unique bain de fusion.

Lorsque celui-ci est formé par la fusion des particules de poudre via l'énergie apportée par le laser, il peut se représenter comme sur la Figure I. 7a. Sa forme ovale est constituée de deux frontières distinctes, la frontière supérieure du bain est en contact avec l'atmosphère (l'argon) où les échanges thermiques se font de manière radiative. La frontière inférieure du bain de fusion est en contact avec le substrat ou une précédente couche solidifiée, donnant lieu à un transfert thermique par conduction. La germination va s'opérer à la limite de la phase solide, dans la partie inférieure du bain de fusion. De plus, le flux de chaleur se transférant plus rapidement dans la direction perpendiculaire à l'interface solide-liquide, la croissance est donc privilégiée dans le sens opposé, comme le schématise la Figure I. 7a. Théoriquement, un bain de fusion devrait donc présenter une microstructure dont la direction de croissance est perpendiculaire à la frontière du bain (Shifeng et al., 2014).

Néanmoins, la microstructure observée sur l'image MEB de la Figure I. 6b<sub>2</sub> ne présente pas une direction de croissance uniquement perpendiculaire à la frontière du bain de fusion. D'autres phénomènes physiques rentrent en jeu. En effet, bien que la direction de croissance soit théoriquement orientée le long de la direction maximale du flux thermique (correspondant à la frontière inférieure du bain de fusion), celle-ci est aussi influencée par l'orientation de croissance préférentielle liée à la structure cristalline (Wang et al., 2016). De plus, les variations de températures au sein du bain de fusion lui-même compris entre une interface liquide-gaz (avec l'atmosphère) et liquide-solide (avec les poudres) en modifient les tensions de surfaces, générant l'effet Marangoni. Cet effet génère des courants de convection dans le fluide, modifiant ainsi la vitesse du fluide dans le bain de fusion comme le montre la Figure I. 7b décrivant les vecteurs vitesses dans un bain de fusion suivant le plan YZ. Ainsi, il apparaît une compétition entre ces phénomènes donnant lieu à une modification de la direction de croissance des grains.

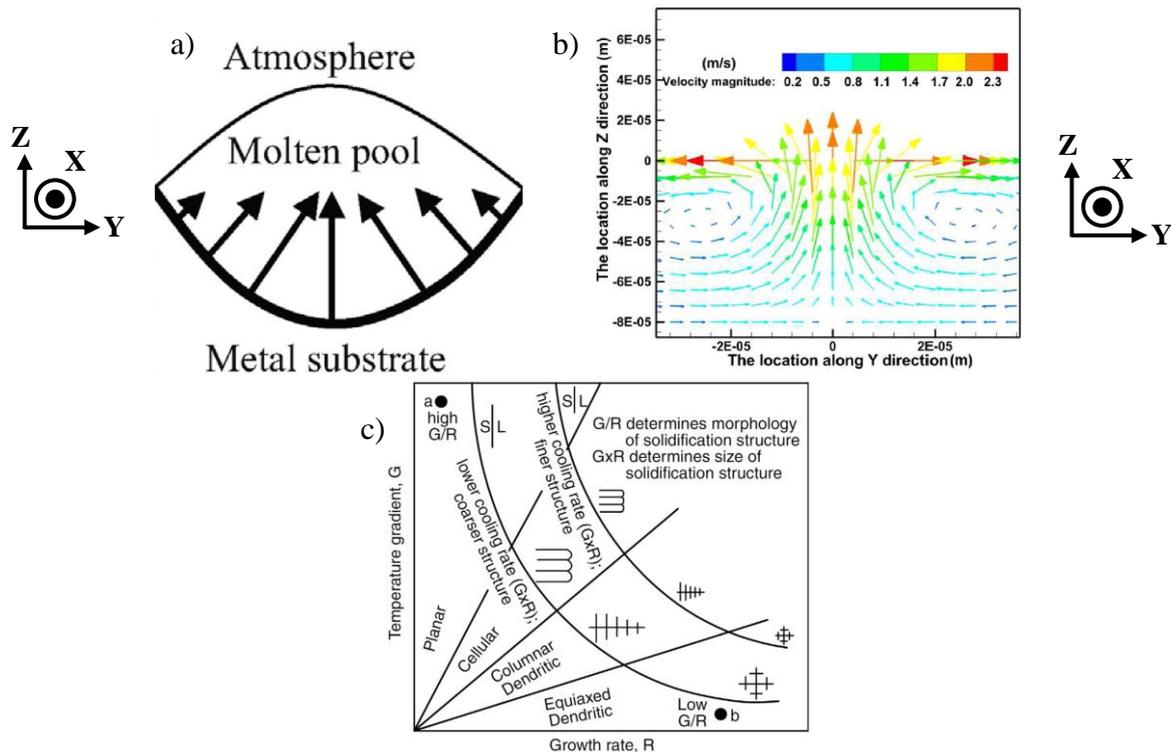


Figure I. 7 : a) Schéma illustrant la solidification dans un bain de fusion (Shifeng et al., 2014), b) Vecteurs vitesses dans un bain de fusion dans le plan YZ sous l'action de l'effet Marangoni (Wang et al., 2016), c) Effet du gradient de température  $G$  et de la vitesse de croissance  $R$  sur la morphologie et la taille de la microstructure de solidification (DebRoy et al., 2018).

Ces phénomènes physiques permettent d'expliquer pourquoi la microstructure cellulaire à l'intérieur des bains de fusion de la Figure I. 6b n'est pas uniquement orientée perpendiculairement à la frontière

inférieure du bain de fusion. De plus, les bains sur l'image MEB de la Figure I. 6b ont été sujets à une refusion. En effet, le passage du laser pour former les couches supérieures à ces bains a ainsi pu affecter thermiquement les bains et donc potentiellement modifier la croissance de la microstructure cellulaire initiale.

La direction de croissance de la microstructure cellulaire expliquée, la morphologie ainsi que la taille que prend cette dernière répond à d'autres phénomènes physiques. En effet, différentes microstructures apparaissent sur l'image MEB de la Figure I. 6b, dissemblables par leur taille ou leur morphologie. Les différentes morphologies que peut prendre la microstructure sont représentées dans le graphique de la Figure I. 7c. Ce schéma présente l'effet du gradient de température  $G$  (K/mm) ainsi que de la vitesse de croissance  $R$  (mm/s) sur la morphologie et la taille de la microstructure. Celle-ci peut ainsi prendre une forme planaire, cellulaire, dendritique colonnaire ou dendritique équiaxe suivant la valeur du ratio  $G/R$  (K.s/mm<sup>2</sup>). La taille de la microstructure est contrôlée par le produit  $G \times R$  (K/s) qui caractérise la vitesse de refroidissement. Dans le cas de la fusion laser sur lit de poudre, la vitesse de refroidissement pour ce genre de procédé est évaluée à  $10^6$  K/s, valeur bien supérieure aux procédés conventionnels (Bartolomeu et al., 2017). Le ratio  $G/R$  est lui aussi suffisamment élevé pour présenter une microstructure ayant une morphologie cellulaire avec une taille relativement fine, de l'ordre du micron, comme en atteste la Figure I. 6b. Les différences de morphologie sur l'image MEB de la Figure I. 6b sont potentiellement dues à des fluctuations des valeurs de  $G$ , affectant le rapport  $G/R$  ainsi que  $G \times R$ , modifiant la microstructure d'une morphologie cellulaire à planaire.

La microstructure cellulaire présente également une densité de dislocations élevée caractérisée par un enchevêtrement de dislocations à la frontière de la microstructure cellulaire qualifiée de mur de dislocations, comme le montre la Figure I. 6c. Cette forte densité de dislocations est estimée, pour ces aciers réalisés par SLM, de l'ordre de  $10^{15}$  m<sup>-2</sup> (Gorsse et al., 2017). L'étude de ces structures de dislocations par (Bertsch et al., 2020) montre que pour l'acier 316L SLM, celles-ci résultent en effet des distorsions thermiques générées durant l'impression, principalement dictées par les contraintes entourant les bains de fusion ainsi que le cyclage thermique.

En réalisant une analyse chimique sous MET, comme le montre la Figure I. 6d, à la même localisation que les murs de dislocations est révélée la présence de ségrégation de différents éléments chimiques. L'origine de cette ségrégation s'effectuerait durant la solidification du bain de fusion. En effet, lors du passage en phase liquide des particules de poudre lors du lasage, les éléments possédant une température de fusion plus élevée que le fer (~1500°C), notamment le chrome (~1900°C) et le molybdène (~2600°C) seraient piégés à l'interface solide-liquide. Ainsi, lors de la solidification s'opérant le plus souvent sous forme cellulaire (comme vu précédemment), les éléments chimiques tels que le Cr et le Mo se retrouveraient donc en plus grande concentration à la frontière de ces cellules (Prashanth and Eckert, 2017). De plus, des inclusions de taille nanométriques enrichies en O, Si et Mn et appauvries en Fe, Cr (comme l'atteste la Figure I. 6d) sont également repérées. Elles seraient formées durant le procédé d'atomisation de la poudre et transférée en grande majorité à la pièce durant la conception par SLM par un procédé de dissolution/re-précipitation (Deng et al., 2020).

A titre informatif, l'explication précédente concernant la ségrégation des éléments chimiques n'est pas la seule, en effet une autre hypothèse évoquée par (Birnbbaum et al., 2019) tendrait à expliquer la ségrégation de ces mêmes éléments non pas durant la solidification mais après celle-ci, à l'état solide donc, en indiquant que les structures de dislocations formées durant la solidification seraient le lieu privilégié d'une diffusion de ces mêmes éléments. Néanmoins, cette hypothèse est infirmée par les travaux de (Bertsch et al., 2020) dans lesquels la ségrégation se produit au début du processus de solidification et non après.

Cette étape de solidification est également le lieu de formation de défauts plus ou moins importants suivant les paramètres de fabrication employés, défauts qu'il convient de présenter dans la section suivante.

### I.2.3.3 Mécanismes de formation des défauts en SLM

Il a été vu précédemment que les gradients thermiques sont inhérents aux procédés SLM. Ceux-ci sont notamment responsables de la formation des contraintes résiduelles. Ces dernières désignent les contraintes existantes dans la pièce à température ambiante et en l'absence de tout chargement extérieur. Elles sont donc auto-équilibrées. Les contraintes résiduelles peuvent être de signe négatif et donc qualifiées de contraintes résiduelles de compression ou au contraire positives et donc dénommées contraintes résiduelles de traction. Ces contraintes sont à maîtriser dans le cas d'une sollicitation en fatigue. En effet, les contraintes résiduelles de compression en surface ont été largement documentées pour ne montrer aucune ambiguïté sur leur effet positif sur la durée de vie en fatigue (Pramanik et al., 2017), celles-ci permettant de limiter l'apparition de fissures proches de la surface et ainsi de prolonger la durée de vie des éprouvettes (Correa et al., 2015; Kalentic et al., 2017b).

Lors de la fabrication d'un échantillon par SLM, les contraintes résiduelles vont ainsi présenter un profil dans l'épaisseur de l'échantillon qui démarre par des contraintes résiduelles de traction en surface pour atteindre des valeurs négatives en sous-couche (Sames et al., 2016). Lors de la fusion de la poudre, les pièces issues du procédé SLM subissent de nombreux cycles thermiques (échauffement et refroidissement) associés à d'importants gradients thermiques, générant des contraintes résiduelles d'origine thermique schématisées sur la Figure I. 8a. Lors du chauffage, l'expansion de la phase liquide va être restreinte par les couches inférieures froides solidifiées. Ainsi, la couche chauffée subit une contrainte de compression. Lors du refroidissement et donc de la solidification de la couche précédemment chaude, il y a un phénomène de contraction thermique qui se produit. De la même manière, cette contraction est gênée par les couches inférieures solidifiées, générant des contraintes de traction dans la couche supérieure et des contraintes de compression dans les couches inférieures (Figure I. 8a). Des études à la fois expérimentales et numériques permettent de déterminer l'influence des différents paramètres machines sur les contraintes résiduelles des objets ainsi conçus (Wu et al., 2014; Parry et al., 2016) et la nécessité d'employer une stratégie de lasage adaptée pour les diminuer.

Hormis les contraintes résiduelles, des porosités de différentes formes et tailles peuvent se former durant la solidification du lit de poudre. Ces porosités sont généralement classées en deux catégories, celles sphériques provenant du piégeage du gaz et celles irrégulières, révélatrices d'un effet dû aux paramètres de fabrication (Yusuf et al., 2017). La méthode la plus efficace pour étudier les porosités en termes de forme, taille et répartition dans l'échantillon est la tomographie X (Ziółkowski et al., 2014; du Plessis et al., 2016), permettant ainsi de relier l'aspect dimensionnel des pores aux paramètres de fabrication. Des études ont pu montrer l'influence des paramètres de fabrication, synthétisés par la densité énergétique  $E$  employée, sur le taux de porosité des échantillons atteignant un minimum pour  $E$  de l'ordre de 50 à 100 J/mm<sup>3</sup> (Choi et al., 2016; Peng and Chen, 2018). L'acier 316L SLM possède néanmoins une haute tolérance aux défauts impliquant qu'un taux de porosité conséquent (<10%) n'affecte pas les propriétés en fatigue (Andreau et al., 2019). Cette bonne tolérance aux défauts est également le résultat de la bonne ductilité des aciers 316L SLM qui limite ainsi l'impact des défauts internes (porosités, contraintes résiduelles de traction) sur le comportement de la fissure (Leuders et al., 2014; Riemer et al., 2014). Néanmoins, les porosités proches de la surface se révèlent être les plus critiques bien que leur taille puissent être inférieure aux porosités contenues dans le cœur de l'échantillon (Siddique et al., 2015; Andreau et al., 2021).

La simulation numérique du lasage de poudre permet de déterminer quels paramètres sont responsables de la formation de porosités. Cela permet notamment de mettre en évidence que le comportement de mouillage de la poudre fondue – désignant la capacité qu'a le liquide à s'étendre sur une certaine surface – est une des raisons physiques de la formation de porosités irrégulières (Tang et al., 2018). La Figure I. 8b illustre le passage du laser sur un lit de poudre et notamment les différents défauts pouvant être générés. Ainsi, diverses anomalies apparaissent telles que des pores sphériques attestant d'un piégeage de gaz, de pores de formes irrégulières suggérant une fusion insuffisante généralement accompagnée de

particules partiellement fondues. Egalement la formation de fissures dans la couche solidifiée ou inter-couche due aux forts gradients thermiques imposant des contraintes élevées.

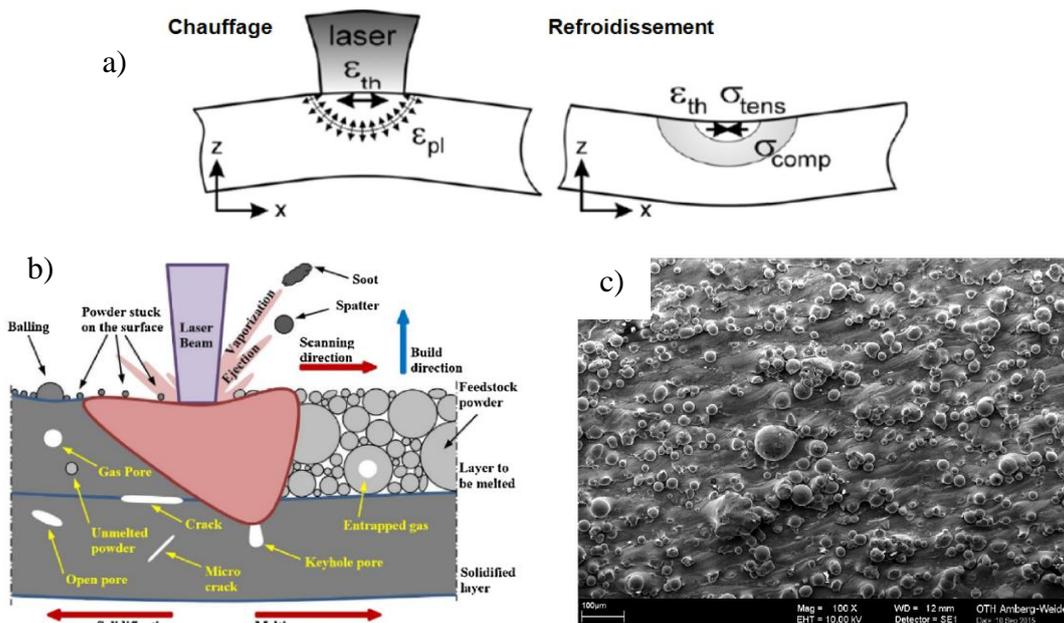


Figure I. 8 : a) Mécanisme de l'apparition des contraintes résiduelles (Belle, 2013), b) Illustration de la formation d'un bain de fusion durant le procédé SLM mettant en évidence les défauts attendus (Yakout et al., 2018), c) Exemple d'une surface d'un acier 316L réalisé par SLM prise sous MEB (Simson et al., 2017).

L'état de surface externe de l'échantillon produit par SLM est chaotique comparé à celui de pièces obtenues par usinage classique. Ainsi, la surface externe est considérée comme un défaut dans sa globalité. Dans le cas d'une sollicitation en fatigue, la surface se révèle être le lieu privilégié de la formation de fissures dues aux particules de poudres agissant comme des concentrateurs de contraintes (Elangeswaran et al., 2019). La Figure I. 8c présente un exemple d'une surface d'un acier 316L SLM, celle-ci est parsemée d'une multitude de particules de tailles différentes plus ou moins fondues. Ces particules confèrent à la surface une valeur de rugosité  $R_a$  importante, supérieure à  $10 \mu\text{m}$ . La rugosité est aussi une caractéristique génératrice de défauts. En effet, si la couche lasée possède une rugosité élevée, la prochaine couche de poudre déposée va présenter des variations locales de hauteurs de couches, ce qui est à l'origine de la modification de l'écoulement des poudres fondues amenant ainsi à la formation de porosités (Qiu et al., 2015).

De ces différents défauts, certains sont amenés à avoir une influence plus importante que d'autres. Par exemple, l'étude de (Shrestha et al., 2019) indique que lors d'essais de fatigue, la rugosité n'a qu'un impact minime sur la durée de vie. La cause de la rupture est en effet dû aux porosités proches de la surface, suggérant que l'effet des porosités est plus important que celui de la rugosité. A l'inverse, (Blinn et al., 2020) démontre que l'état de surface des aciers 316L SLM a le plus grand impact sur la résistance à la fatigue, en comparaison aux défauts internes notamment. Mais ce constat peut s'expliquer par le très faible taux de porosité des éprouvettes dans cette étude.

Les paramètres de fabrication des éprouvettes ainsi que les défauts inhérents à la FA SLM ont un impact non négligeable sur les propriétés mécaniques. Toutefois, les propriétés mécaniques présentées par les aciers 316L SLM sont meilleures en comparaison des aciers 316L conventionnels, ce qui fait l'objet des paragraphes suivants.

## I.2.4 Propriétés mécaniques des aciers obtenus par SLM

Des études comparatives ont pu mettre en évidence de meilleures propriétés mécaniques des aciers 316L réalisés par SLM par rapport aux conventionnels (Röttger et al., 2016; Bartolomeu et al., 2017; Y. M. Wang et al., 2018). Les Figure I. 9a et b présentent la comparaison entre des courbes de traction obtenues pour des aciers 316L SLM et conventionnels. Il apparaît très nettement de meilleures propriétés mécaniques des aciers réalisés par SLM. L'explication physique de l'augmentation de ces propriétés mécaniques est due à la microstructure formée durant le procédé SLM.

En effet, en supposant un comportement de type Hall-Petch, c'est la fine microstructure cellulaire formée durant le procédé SLM qui est majoritairement contributrice aux propriétés mécaniques supérieures de ces aciers par rapport à leurs homologues réalisés de manière conventionnelle (Y. M. Wang et al., 2018). En effet, la relation de Hall-Petch (Hansen, 2004) stipule que plus les grains sont d'une taille faible, plus les propriétés mécaniques sont importantes. Un autre facteur contribuant également à l'augmentation des propriétés est la forte densité de dislocations accompagnant la microstructure cellulaire (Gorsse et al., 2017; Shamsujjoha et al., 2018; Yin et al., 2019). Ces défauts internes que sont les dislocations, responsables de la propagation de la déformation plastique, interagissent entre elles, contribuant ainsi à l'écroutissage de l'échantillon. De plus, le réseau complexe de dislocations accompagnant cette microstructure, qui reste stable tout au long de la déformation, interagit avec les dislocations générées durant cette même déformation. Ainsi, ces nouvelles dislocations sont ralenties par ce réseau sans pour autant être stoppées, permettant ainsi à l'échantillon de conserver une bonne ductilité (Liu et al., 2018).

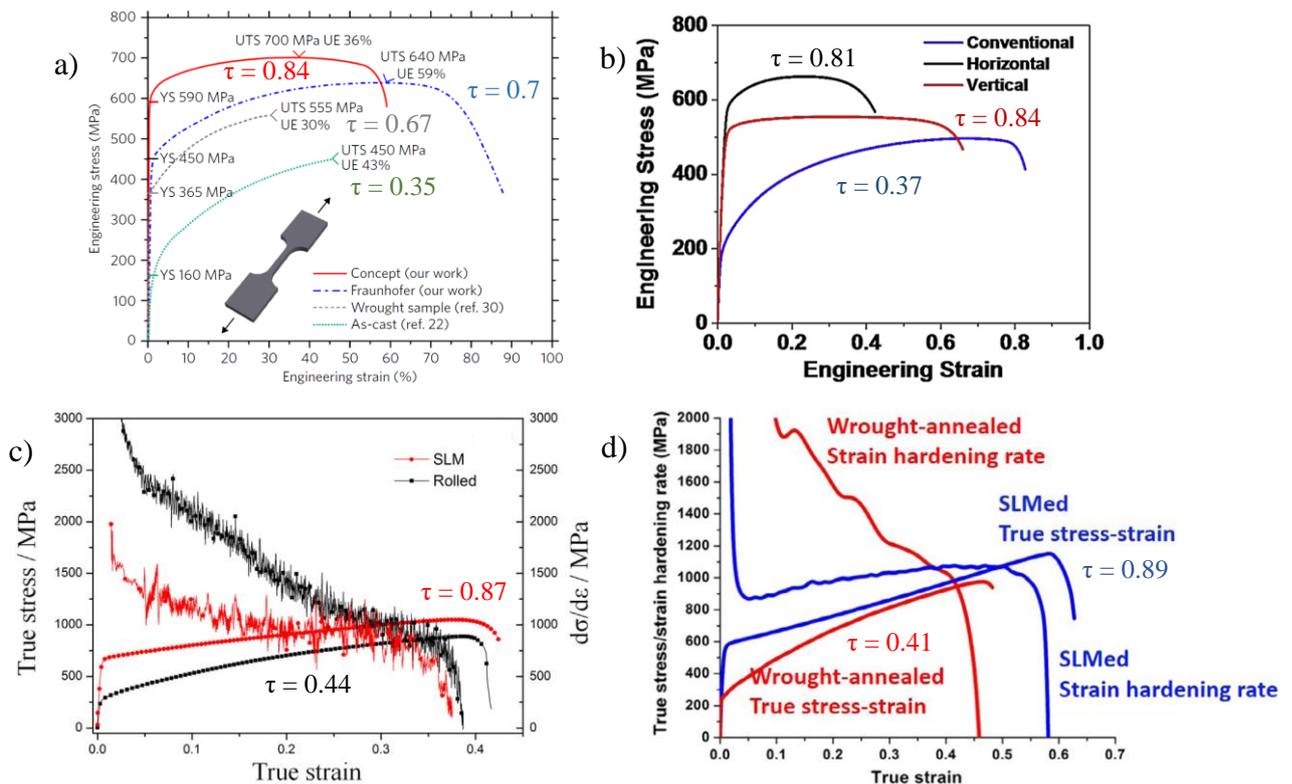


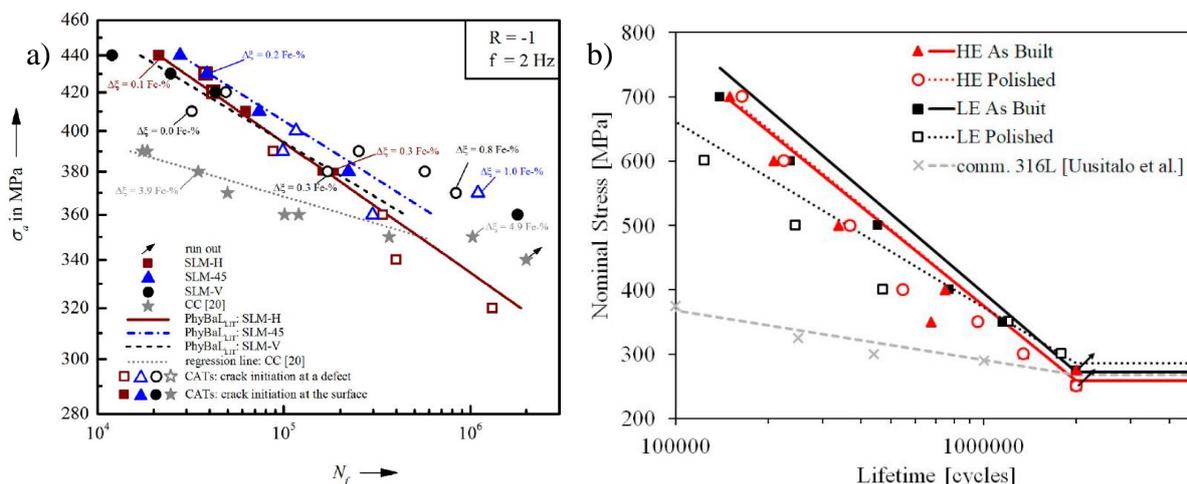
Figure I. 9 : Courbes de traction pour des aciers 316L SLM et conventionnels a) (Y. M. Wang et al., 2018), b) (Bahl et al., 2019), ainsi qu'une superposition avec les courbes d'écroutissages c) (Yin et al., 2019), d) (Liu et al., 2018).

L'action de ce réseau complexe de dislocations se caractérise par une évolution de l'écroutissage sensiblement différente suivant la méthode de fabrication des aciers, cette différence d'évolution se matérialise en premier lieu sur les courbes de traction des Figure I. 9 par une valeur plus élevée du ratio entre la limite d'élasticité et la contrainte maximale en traction (défini arbitrairement par le symbole  $\tau$ ) pour les aciers 316L SLM. D'autre part, les Figure I. 9c et d présentent l'évolution de l'écroutissage au cours d'un test de traction pour des échantillons en acier 316L SLM et conventionnels. La différence de

microstructure et notamment le réseau complexe interne accompagnant la microstructure des aciers 316L SLM induit une différence dans les mécanismes faisant intervenir l'érouissage. Il apparaît que le coefficient d'érouissage n'évolue pas significativement avec la déformation pour les aciers 316L SLM à l'inverse des aciers conventionnels. Par ailleurs, les aciers 316L SLM présentent une ductilité plus importante comparativement aux aciers conventionnels (Liu et al., 2018).

Comme il a été vu dans la section consacrée aux paramètres de fabrication ainsi qu'aux inconvénients du procédé SLM, les propriétés mécaniques des aciers 316L SLM sont dépendantes d'un grand nombre de facteurs. Les courbes de la Figure I. 9 n'ont pas pour objectif d'exposer la diversité des propriétés mécaniques obtenues mais de mettre l'accent sur ce qui fait la force des aciers 316L conçus par SLM, c'est-à-dire leur microstructure. En revanche, il sera présenté en fin de ce chapitre la Figure I. 20 qui permettra de rendre compte de la variété des propriétés qu'il est possible d'obtenir avec une fabrication par SLM.

Concernant les propriétés mécaniques obtenues en fatigue, une amélioration est également observée suivant plusieurs types de sollicitations. La réponse en fatigue des aciers 316L SLM est améliorée comparée à un acier 316L conventionnel pour une sollicitation en traction-compression (Figure I. 10a) et en flexion alternée (Figure I. 10b). Bien que la limite d'endurance soit similaire pour les deux types d'aciers, l'acier 316L SLM présente une meilleure réponse mécanique à contraintes élevées.



**Figure I. 10 :** a) Courbes de Wöhler en traction-compression  $R=-1$  pour des aciers 316L SLM réalisés avec différentes orientations ainsi qu'un acier 316L conventionnel (Blinn et al., 2019), b) Courbes de Wöhler en flexion alternée  $R=-1$  pour des aciers 316L SLM ainsi qu'un acier 316L conventionnel (Jaskari et al., 2019).

Les défauts générés durant le procédé SLM sont la cause de la tendance à la diminution des performances en fatigue à des niveaux de contraintes plus faibles pour les échantillons produits via ce procédé (Blinn et al., 2019). Les défauts en surface sont en effet responsables de la rupture lors de sollicitations à faibles niveaux de contraintes et les défauts internes détectés pour des valeurs de contraintes élevées (Solberg et al., 2019).

### I.2.5 Conclusion

Dans cette première partie consacrée à la FA SLM appliquée aux aciers 316L, ces derniers ont montré de meilleures propriétés mécaniques comparées à ceux obtenus dans des configurations de fabrication conventionnelles. Cela est dû en majeure partie à leur microstructure singulière. La réalisation de ces échantillons est le fruit d'une succession d'étapes, toutes aussi importantes les unes que les autres, qu'il est possible d'optimiser afin d'obtenir une éprouvette aux défauts limités.

Avant la fabrication des pièces, le choix de la poudre est essentiel, constituant ainsi une pré-optimisation. Il s'agit d'obtenir une poudre dans laquelle la composition, la forme, la granulométrie sont étudiées de manière à présenter un lit de poudre ayant la meilleure interaction possible avec le laser. Par la suite, l'optimisation du procédé en lui-même consiste à jouer sur les différents paramètres machine afin d'obtenir une éprouvette à la microstructure et aux propriétés mécaniques souhaitées. Une fois ces pièces réalisées, une dernière étape d'optimisation est possible via l'utilisation de post-traitements. C'est l'objet de la section suivante.

## I.3 Synthèse bibliographique sur les post-traitements

### I.3.1 Panorama des différents post-traitements appliqués aux aciers 316L SLM

L'emploi d'un post-traitement constitue en général la dernière étape du processus de fabrication et a aussi pour objectif de remédier à une limitation imposée par le matériau. Cette limitation peut se traduire de plusieurs façons. Elle peut concerner les propriétés mécaniques globales de la pièce, la microstructure de cette dernière ou encore un aspect précis comme sa surface. Dans la littérature, il existe plusieurs types de post-traitements (thermiques, thermochimiques ou mécaniques) qui constituent un enjeu très important puisqu'ils peuvent apporter des améliorations des propriétés mécaniques des pièces traitées. Dans cette partie, une présentation non exhaustive de ces procédés utilisés pour l'acier 316L issu de SLM est réalisée.

a) Les post-traitements thermiques, plus généralement les traitements de recuits, sont couramment employés afin de modifier certaines propriétés mécaniques des pièces. En effet, l'effet de la température va permettre une recristallisation des grains initiaux de l'échantillon ou/et d'agir sur l'augmentation de la ductilité de l'échantillon en y réduisant la densité de dislocations (Humphreys and Hatherly, 2004).

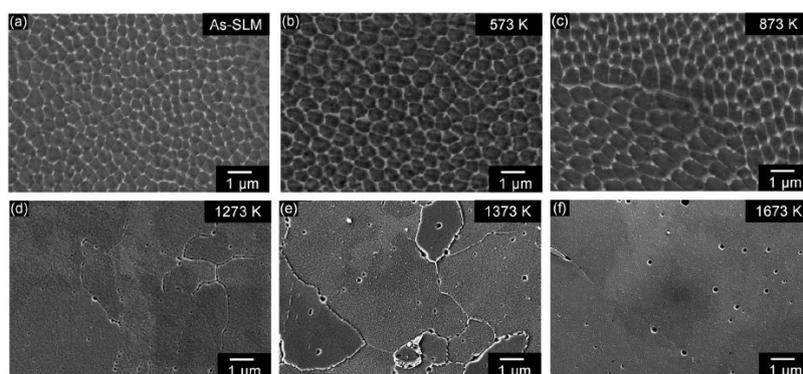


Figure I. 11 : Images MEB d'échantillons en acier 316L SLM recuits sous argon durant 6 h à différentes températures (a-25°C, b-300°C, c-500°C, d-1000°C, e-1100°C, f-1400°C) (Salman et al., 2019b).

L'application de traitements de recuit a ainsi pu être étudié par différents auteurs sur les aciers 316L réalisés par SLM. Ainsi, il apparaît que la microstructure cellulaire de l'acier 316L SLM est stable jusqu'à des températures de l'ordre de 800°C (Sistiaga et al., 2016; Saeidi et al., 2017; Krakhmalev et al., 2017, 2018; Ronneberg et al., 2020). Néanmoins, cette microstructure est amenée à disparaître progressivement dans l'échantillon après un traitement thermique plus élevé, comme l'illustre la Figure I. 11. La recristallisation opérée après un traitement thermique permet également d'atténuer l'anisotropie usuellement caractérisée après une conception SLM (Kong et al., 2019b). La disparition graduelle de la microstructure cellulaire s'accompagne également d'une diffusion du Cr et du Mo à la frontière de ces cellules à partir de 600°C, amenant à terme à une homogénéisation de la concentration de ces éléments dans l'acier (Voisin et al., 2021).

Les conditions de traitements de recuit (atmosphère, temps, température) sont à maîtriser car suivant le choix établi, cela peut modifier les propriétés mécaniques positivement comme négativement. Ainsi, un

recuit sous air entraîne la formation de nano-précipités augmentant les propriétés mécaniques jusqu'à une certaine température (N. Chen et al., 2019). Un recuit à température élevée diminue la densité de dislocations entraînant une amélioration de la ductilité, au détriment de la contrainte maximale atteignable (Kong et al., 2019a). L'emploi de conditions trop sévères, comme une durée de traitement trop longue n'entraîne pas d'amélioration mais détériore les propriétés mécaniques globales du fait d'une formation plus importante de pores dû à la croissance des grains (nettement visible sur la Figure I. 11 pour la température de 1400°C) (Salman et al., 2019b).

b) Les post-traitements thermo-chimiques de diffusion employés concernent généralement le traitement de nitruration. Son objectif est l'insertion d'azote en surface de l'échantillon. La Figure I. 12a permet d'observer l'extrême surface d'un acier 316L SLM où la couche nitrurée se distingue de la microstructure initiale. Son utilisation permet d'améliorer la résistance à la corrosion et à l'usure des aciers conçus par SLM via la formation d'une couche nitrurée améliorant par exemple la micro-dureté en surface, comme présenté sur la Figure I. 12b.

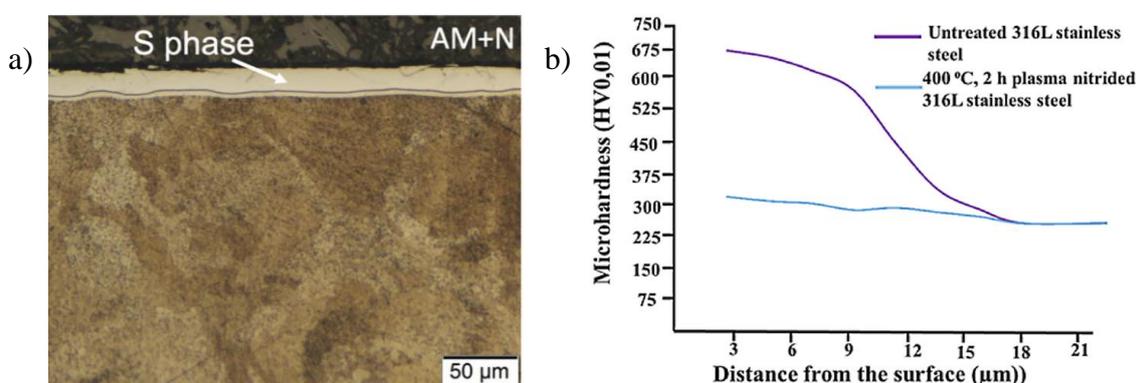


Figure I. 12 : a) Image numérique de l'extrême surface d'un acier 316L SLM nitruré (Godec et al., 2020), b) Profils de microdureté d'un acier 316L SLM brut et nitruré (Kovacı and Seçer, 2020). Remarque : Les couleurs de la légende sur la Figure I. 12b sont inversées, une erreur présente dans l'article original.

c) Pour finir, nous allons aborder les post-traitements mécaniques. Leur choix est conditionné par la nécessité de résoudre les problématiques liées à la conception par SLM, à savoir la rugosité et les contraintes résiduelles de traction. Ainsi, une comparaison de différents moyens de polissages (Löber et al., 2013; Kumbhar and Mulay, 2018; Zhang et al., 2019) pour améliorer l'état de surface a été étudiée. L'étude de paramètres de rugosité permet d'attester de l'efficacité d'une technique de polissage par rapport à une autre, comme présenté sur la Figure I. 13a (FM – Usinage, DF – Finition par trainage, VSF – Tribofinition). Le post-traitement mécanique par choc laser (Laser Shot Peening – LSP) est un moyen efficace pour introduire des contraintes résiduelles de compression sans modifier l'état de surface (Kalentic et al., 2017a). Cette technique a d'ailleurs pu être employée sur des échantillons en cours de fabrication par le procédé SLM. L'échantillon étant retiré de la chambre de fabrication pour être traité par le traitement LSP puis réinséré par la suite afin de continuer la fabrication. Cela permet d'atteindre des profondeurs et des niveaux de contraintes résiduelles de compression plus grand encore (Kalentic et al., 2020), comme l'illustre la Figure I. 13b.

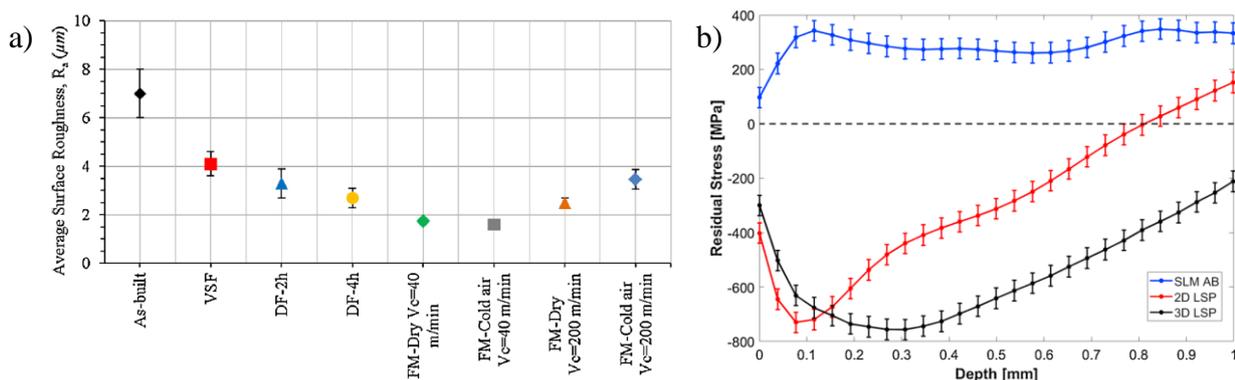


Figure I. 13 : a) Variation du paramètre de rugosité  $R_a$  en fonction de différents post-traitements par rapport au cas non traité (Kaynak and Kitay, 2019), b) Profils de contraintes résiduelles mesurés pour des échantillons brut et traités par choc laser après (2D LSP) ou au cours (3D LSP) de la conception SLM (Kalentic et al., 2020).

La Figure I. 14a présente l'application du traitement de grenailage par ultrasons (dénommé SMAT – Surface Mechanical Attrition Treatment) sur la surface d'un acier 316L SLM. L'utilisation de ce traitement est particulièrement efficace pour la réduction de la rugosité. La Figure I. 14b montre l'impact d'un traitement de torsion sous haute pression sur la densité de dislocations dans l'échantillon. L'augmentation de la densité de dislocations va être un des facteurs responsables de l'augmentation des propriétés mécaniques.

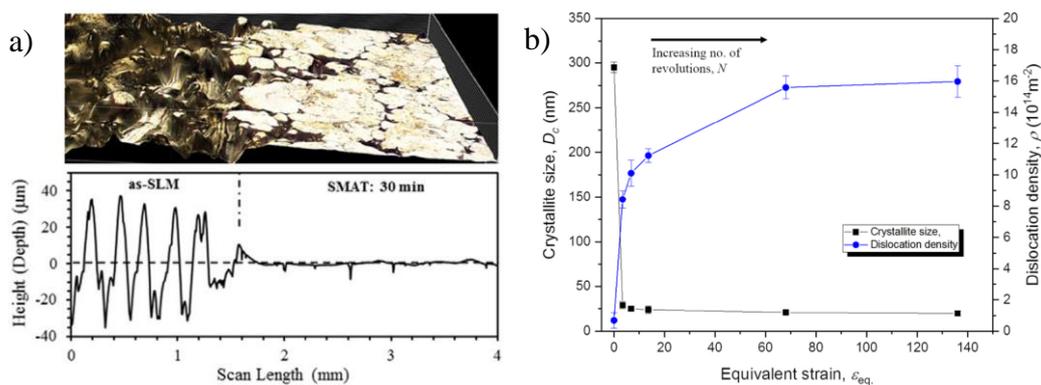


Figure I. 14 : a) Image numérique 3D conjointement avec le profil de rugosité centrés sur la limite entre la surface brute SLM et traitée par SMAT (Sun et al., 2019), b) Evolution de la valeur moyenne de la taille des cristallites ainsi que de la densité de dislocations par rapport à la déformation équivalente dans un traitement HPT appliqué à un acier 316L SLM (Mohd Yusuf et al., 2020).

Les différents types de post-traitements décrits précédemment peuvent également être combinés, de manière à coupler les effets bénéfiques de plusieurs traitements différents. Ainsi, le traitement SMAT appliqué à des plaques en acier 316L obtenues par voie conventionnelle suivi d'un co-laminage de celles-ci permet de créer un composite à couches nanostructurées (Waltz et al., 2009). Par ailleurs, la combinaison d'un traitement SMAT, permettant d'augmenter la fraction de joints de grains, avec un traitement de nitruration favorise ainsi la diffusion d'azote en surface (Chemkhi et al., 2013).

### I.3.2 Post-traitements mécaniques

#### I.3.2.1 Les divers procédés de traitement de surface par SPD

Les post-traitements évoqués à la fin de la section précédente (SMAT et torsion sous haute pression) ont comme objectif bien spécifique de modifier la microstructure initiale du matériau et plus particulièrement la taille des grains. La méthode pour obtenir des grains de tailles plus faibles en utilisant un matériau à grains grossiers est d'effectuer une subdivision de ces mêmes grains. La réalisation de cette subdivision va se traduire par une déformation plastique élevée, ainsi, les traitements procédant à

ce genre de déformation sont catégorisés comme des traitements de déformation plastique sévère (Severe Plastic Deformation – SPD).

La Figure I. 15 présente trois exemples de traitements SPD dont les plus connus sont l'extrusion coudeée à aire égale (Equal Channel Angular Pressing – ECAP, Figure I. 15a) consistant à forcer l'extrusion d'un matériau au travers d'une filière coudeée à angle variable, entraînant une déformation par cisaillement. Le procédé de torsion sous haute pression (High Pressure Torsion – HPT, Figure I. 15b) où l'échantillon est à la fois soumis à une compression et une torsion. Pour finir, le procédé de collage par laminage accumulatif (Accumulative Roll Bonding – ARB, Figure I. 15c) qui consiste à empiler deux bandes de matériau pour leur faire subir un laminage suivi d'une découpe permettant un nouvel empilement, etc.

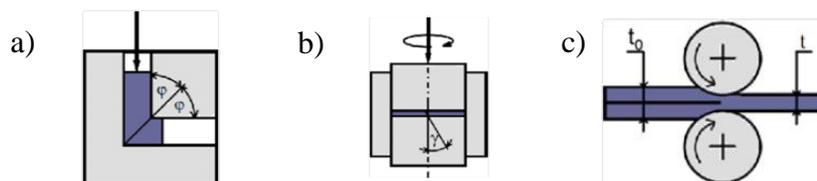


Figure I. 15 : Exemples de procédés de déformation plastique sévère : a) ECAP, b) HPT, c) ARB (Azushima et al., 2008).

La considération pour qu'un matériau ait été sévèrement déformé plastiquement répond à trois critères. Le premier définit que la microstructure engendrée par le traitement SPD est homogène dans tout l'échantillon. Ainsi, la variation de microstructure ne se restreint pas à une zone locale seulement. Le second critère est l'obtention de la réduction de la taille moyenne des grains et le troisième critère indique que l'échantillon traité doit présenter une majorité de joints de grains fortement désorientés (High Angle Grain Boundary – HAGB) (Reihanian et al., 2008; Talachi et al., 2011; Stepanov et al., 2012). Ce dernier critère est le plus important car les HAGB possèdent la particularité, du fait de leur forte désorientation, d'induire un glissement plus important des joints de grains, leur conférant un déplacement plus aisé les uns par rapport aux autres, augmentant ainsi la ductilité (Kumar et al., 2019). L'obtention de ces trois critères résulte d'un traitement réitéré de ces méthodes (plusieurs extrusions pour l'ECAP ou plusieurs rotations effectuées pour le HPT par exemple), ce qui permet d'obtenir des matériaux possédant une résistance ainsi qu'une ductilité élevées (Valiev and Aleksandrov, 2001).

Le post-traitement employé dans cette étude, faisant donc partie des procédés SPD, est le procédé SMAT – Surface Mechanical Attrition Treatment. La description du procédé fait l'objet du paragraphe suivant.

### I.3.2.2 Le procédé SMAT

Le procédé SMAT est un traitement mécanique de surface. Celui-ci est schématisé sur la Figure I. 16a. Le principe repose sur la mise en mouvement de billes sphériques en acier par la mise en vibration d'une sonotrode à une fréquence de 20 kHz. Les billes, reposant initialement sur la surface de la sonotrode, vont être projetées en direction de la surface de l'échantillon à traiter du fait de la mise en vibration de cette dernière. Les billes atteignent donc la surface avec des angles d'impacts aléatoires permettant à la surface d'être traitée de manière homogène.

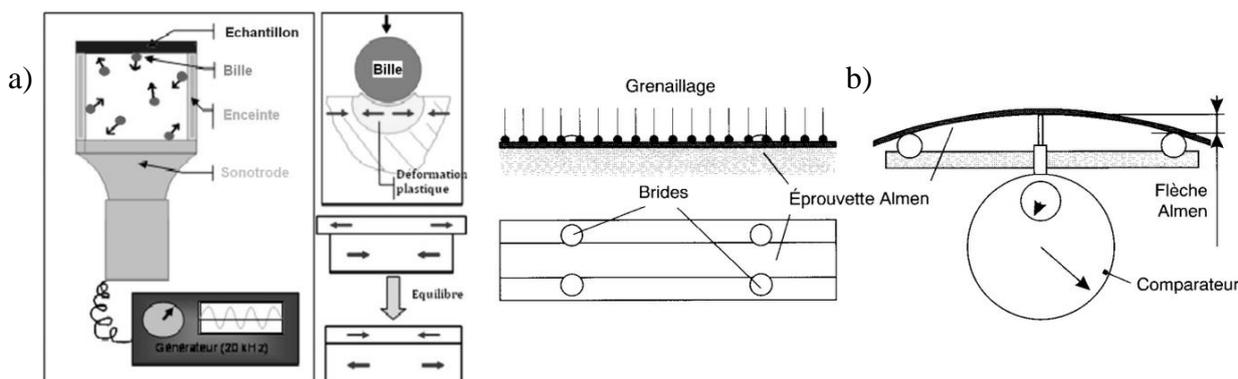


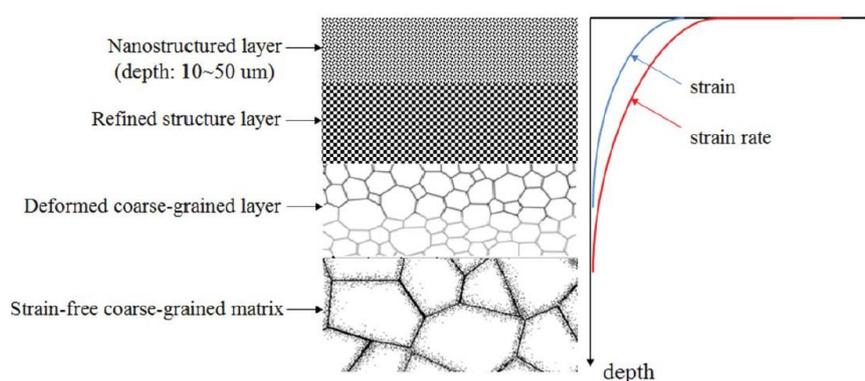
Figure I. 16 : a) Schéma illustrant le procédé SMAT (Chemkhi, 2014), b) Schéma illustrant la mesure de la flèche Almen (Deville and Cornet, 2012).

Le traitement SMAT a pour objectif de diminuer la taille des grains ainsi que d'introduire des contraintes résiduelles de compression à la surface de la pièce traitée. Comme il sera présenté dans le paragraphe suivant, le SMAT permet la formation d'une couche nanostructurée à la surface de l'échantillon traité. Pour optimiser la formation de cette couche, plusieurs paramètres sont à prendre en compte lors du traitement. Ainsi, le temps de traitement, le nombre et la taille des billes employées et l'amplitude de vibration de la sonotrode sont des paramètres à maîtriser (Zhang et al., 2021). Le réglage du traitement SMAT répond à un repère technologique dénommé intensité Almen qui permet de quantifier la sévérité du traitement employé. Cette intensité est établie via un graphe construit à partir de la mesure de la flèche Almen (comme illustré sur la Figure I. 16b) après différentes durées d'exposition au traitement (Deville and Cornet, 2012).

A présent que le traitement SMAT a été introduit, les prochains paragraphes présenteront l'impact de ce traitement sur la microstructure, et notamment le mécanisme de nanocristallisation mis en jeu. Comme aucune donnée n'est à l'heure actuelle disponible pour présenter la réaction de l'acier 316L SLM à ce traitement, le matériau employé pour l'exemple sera l'acier 316L conventionnel dont la microstructure, différente de celle de l'acier 316L SLM, a pu être présentée sur la Figure I. 5.

### I.3.2.3 Mécanisme de durcissement et de nanocristallisation

Entre la couche nanostructurée et les grains initiaux, la microstructure d'un échantillon traité par SMAT présente une évolution suivant la déformation locale engendrée. La Figure I. 17 présente une illustration de la vue en coupe d'un échantillon ayant été traité par SMAT ainsi que les caractéristiques de la microstructure. Ainsi, plus la zone observée est distante de la surface traitée, moins la microstructure ne présentera de déformation et sera au plus proche de celle initiale. Inversement, plus la zone est proche de la surface traitée, plus celle-ci présente des signes de déformations allant du grain initial déformé jusqu'à un raffinement complet de la microstructure. Les épaisseurs de ces différentes couches dépendent des paramètres de traitement qui influent sur le couple déformation/vitesse de déformation responsable de la modification de la microstructure. Il est ainsi constaté un gradient de taille de grains sur les échantillons traités par SMAT (Lu and Lu, 2004).



**Figure I. 17 : Illustration schématique des caractéristiques de la microstructure et des distributions de la déformation et de la vitesse de déformation par rapport à la profondeur de la surface soumise au traitement SMAT. La vitesse de déformation à la surface de l'échantillon est estimée de  $10^2$  à  $10^3$   $s^{-1}$  (Azadmanjiri et al., 2015).**

Les étapes de formation d'une couche nanostructurée ne sont pas similaires d'un matériau à un autre. En effet, le facteur déterminant le mécanisme de nanocristallisation dans les métaux à structure cubique est ce qui est dénommé l'énergie de défaut d'empilement (Stacking Fault Energy – SFE). Un défaut d'empilement est une irrégularité dans la séquence d'empilement dans atomes dans un cristal. Ces irrégularités déséquilibrent énergétiquement le système. Plus la SFE d'un système est faible (acier 316L), plus la mobilité des dislocations l'est également ce qui entraîne l'activation d'autres mécanismes de déformation. A l'inverse, pour des matériaux ayant des niveaux de SFE élevés (Fe), ceux-ci ne peuvent se déformer que par glissement de dislocations pouvant conduire à un réarrangement de celles-ci sous la forme de sous-grains (Olugbade and Lu, 2020).

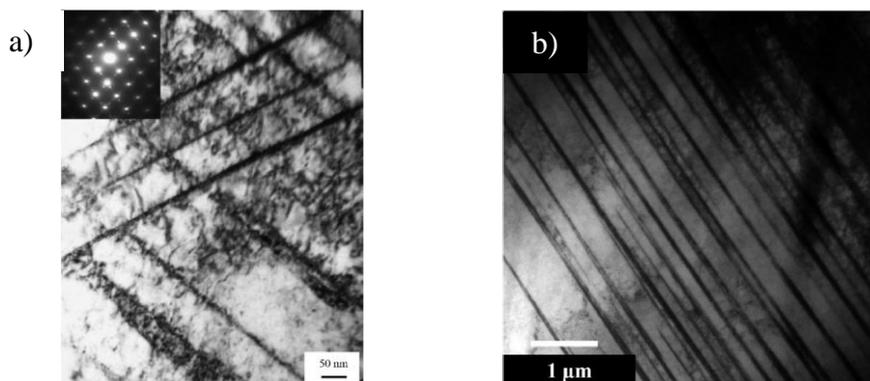
Ainsi, les différentes étapes de formation des nanostructures ont pu être étudiées et décrites pour des matériaux possédant des niveaux de SFE faible, moyen ou élevé (Lu and Lu, 2004; Azadmanjiri et al., 2015). Concernant le matériau de l'étude, l'acier 316L, les différentes étapes sont décrites comme suit (Zhang et al., 2003) :

- À des niveaux faibles de déformation plastique (au commencement de l'essai ou en profondeur), des lignes de dislocations et de macles sont générées dans la microstructure.
- Création de nouveaux systèmes de macles permettant au système d'accommoder la déformation plastique au fur et à mesure de l'essai. La transformation martensitique induite par la contrainte est également rapportée dans le cas des aciers 304L.
- Lorsque la déformation/vitesse de déformation sont suffisamment élevées (notamment en surface), l'activation d'un nombre important de systèmes de maclages augmente les interactions entre les macles, entraînant un raffinement microstructural composé de grains nanométriques orientés aléatoirement.

Le paragraphe suivant va tâcher de présenter les différentes caractéristiques microstructurales et mécaniques de l'acier 316L conventionnel ayant été traité par SMAT.

#### I.3.2.4 Microstructure des aciers 316L conventionnels SMATés

La microstructure après SMAT a pu être observée par MET au travers de plusieurs études permettant d'observer et de valider le mécanisme de nanocristallisation décrit précédemment. Ainsi, la Figure I. 18 présente des images MET d'un acier 316L conventionnel SMATé. La Figure I. 18a présente deux systèmes de maclage interagissant entre eux. Ces macles sont désignées comme étant le mécanisme principal du raffinement de la microstructure. Il est également observé une quantité importante de dislocations.



**Figure I. 18 :** a) Image TEM de la microstructure d'un échantillon d'acier 316L soumis au SMAT à 50 µm d'épaisseur illustrant l'interaction macle-macle (Roland et al., 2007), b) Image TEM de la microstructure d'un acier 316L à une distance de 20 µm de la surface montrant la présence d'un ensemble de macles parallèles (Bahl et al., 2017).

Néanmoins, ce mécanisme n'est pas le seul ayant été répertorié concernant l'acier 316L. Une autre étude menée par (Bahl et al., 2017) utilisant le procédé SMAT en a conclu que les macles n'étaient pas à l'origine de la nanocrystallisation, bien qu'elles puissent être observées dans l'échantillon (Figure I. 18b). En effet, les auteurs indiquent que les microbandes et les bandes de cisaillement sont le mécanisme principal de formation de la nanostructure. Les microbandes sont un mode de déformation commun dans les métaux cubiques à faces centrées soumis à des déformations plastiques sévères et sont décrites comme étant une structure formée par deux murs denses de dislocations dont les directions sont parallèles au principal système de glissement (Xue et al., 2007).

L'identification du mécanisme à l'origine de la nanocrystallisation dans un acier 316L peut varier d'un article à l'autre. Pour illustrer cette remarque, le Tableau I. 3 présente le principal mécanisme de déformation associé à chaque traitement employé dont le traitement SMAT.

Article	Traitement	Mécanisme de déformation	SFE (mJ/m <sup>2</sup> ) (Rhodes and Thompson, 1977)	SFE (mJ/m <sup>2</sup> ) (Schramm and Reed, 1975)
(Roland et al., 2007)	SMAT	Interactions macle-macle	20.2	57.4
(Bahl et al., 2017)	SMAT	Microbandes et bandes de cisaillement	42.3	57.4
(Liu et al., 2000)	USP (SMAT)	Densité de dislocations et bande de cisaillement	42.3	57.4
(Xue et al., 2005)	Laminage – Cisaillement forcé	Macles à l'intérieur des bandes de cisaillement	38	45.7
(Xue et al., 2007)	Laminage – Cisaillement forcé	Bandes de cisaillement	23.5	59.7
(Zhang et al., 2020)	ECAP	Bandes de glissement et maclage	39.5	51.4

**Tableau I. 3 :** Mécanisme de formation dominant pour des aciers 316L suivant le mode de déformation employé ainsi que la valeur de SFE de l'acier traité suivant deux formules.

De nombreux facteurs peuvent influencer le mécanisme de déformation. Comme il a été vu précédemment, le niveau de SFE est révélateur d'un certain type de mécanisme par rapport à un autre (dislocation/macle par exemple). Le niveau de SFE peut être déduit de la composition de l'acier, à l'aide d'une formule permettant de remonter à cette donnée. Il est possible de constater une disparité des valeurs de SFE dans le Tableau I. 3 suivant les différents aciers 316L employés. Des modifications

minimes dans la composition peuvent entraîner une modification du niveau de SFE et ainsi une modification du mécanisme de déformation (Lo et al., 2009).

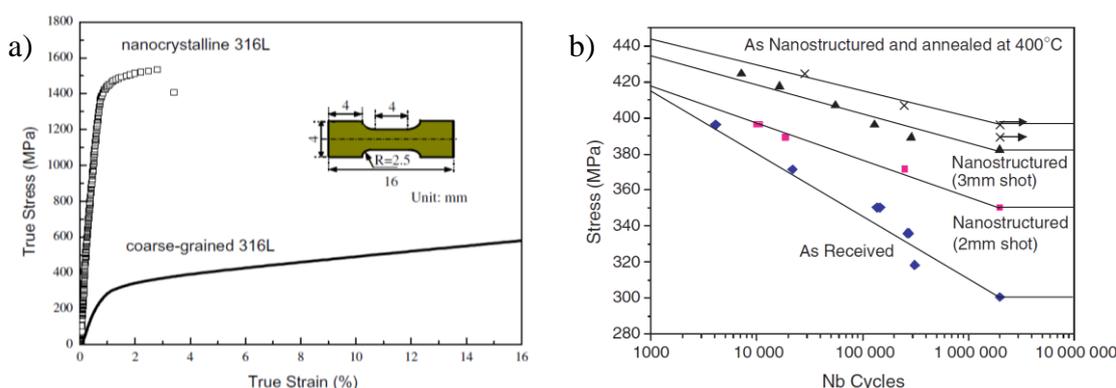
Un autre point est le traitement employé. Celui-ci est différent d'un auteur à l'autre, néanmoins plusieurs remarques peuvent être soulevées. (Roland et al., 2007) et (Bahl et al., 2017) ont employés le même post-traitement mécanique, mais les conditions de traitement n'étant pas les mêmes, cela induit une différence de déformation plastique ainsi que de vitesse de déformation pouvant modifier le mécanisme à l'origine de la nanostructuration. Lorsqu'un même traitement est employé (aux mêmes conditions), comme c'est le cas pour (Xue et al., 2005, 2007), la modification de composition peut être à l'origine de la révélation d'un autre mécanisme de déformation.

L'apparition d'un mécanisme de nanocrystallisation par rapport à un autre peut être influencée par la composition de l'acier ainsi que par les conditions du traitement SPD employées.

### I.3.2.5 Propriétés mécaniques des aciers 316L conventionnels SMATés

Les conséquences du traitement SMAT sont visibles en premier lieu par la réduction drastique de la rugosité opérée par les déformations plastiques successives de la surface par les billes en acier dans le cas où la rugosité est supérieure au micron (Arifvianto et al., 2012). Son utilisation sur une surface polie va au contraire augmenter la rugosité du fait de la création de cratères liés aux impacts (Arifvianto et al., 2011). Les propriétés mécaniques sont quant à elles nettement améliorées. La Figure I. 19a présente la réponse en traction de la couche nanocrystalline en comparaison de la courbe de traction de l'acier 316L non SMATé. Il apparaît que la couche nanocrystalline possède une limite d'élasticité bien supérieure par rapport à la microstructure constituées de grains grossiers du matériau initial. C'est cette couche d'une épaisseur relativement faible (<100nm) qui va permettre à l'acier 316L SMATé de présenter des propriétés mécaniques plus élevées (Roland et al., 2007; Petit et al., 2012).

Concernant les propriétés mécaniques cycliques, la Figure I. 19b présente les courbes de Wöhler d'éprouvettes en acier 316L ayant été traitées avec différentes conditions de SMAT. L'amélioration de la limite d'endurance à 2 millions de cycles est marquée. Cette augmentation est justifiée d'une part par le raffinement microstructural en surface ainsi que par l'introduction de contraintes résiduelles superficielles de compression entraînant une résistance accrue à l'initiation de fissures en surface (Kumar et al., 2019) et permettant ainsi l'amélioration significative des propriétés en fatigue.



**Figure I. 19 :** a) Courbes de traction de la couche nanocrystalline en comparaison avec l'acier 316L non SMATé (Chen et al., 2005), b) Courbes de Wöhler de pièces en acier 316L SMATées sous différentes conditions (Roland et al., 2006).

Le principal désavantage lié au traitement SMAT est la réduction de ductilité des échantillons SMATés. Comme le montre la Figure I. 19a, la ductilité de la couche nanocrystalline est minime. Pour cause, le couple résistance/ductilité présente généralement des caractéristiques inverses : plus la résistance est élevée, plus la ductilité est faible et inversement. Cette corrélation est associée à la nature même de la

plasticité, car plus il est difficile pour les dislocations d'apparaître et de se déplacer, plus la résistance sera élevée mais moins ductile sera le matériau (Valiev, 2002).

Cette évolution inverse entre résistance et ductilité peut être contournée par l'application de traitements SPD permettant d'atteindre des tailles de grains suffisamment faibles. L'activation de glissements au niveau des joints de grains sera d'autant plus favorisée que les joints de grains présentent de fortes désorientations (Mungole et al., 2014). L'utilisation d'un traitement de recuit d'une durée relativement faible après le traitement SPD est également une piste envisagée pour l'amélioration de la ductilité sans une perte significative de la résistance, par la diminution de la densité de dislocations, en limitant la croissance des grains (Kumar et al., 2016). Un traitement thermique peut ainsi être employé pour générer un gradient de microstructure dans lequel des nanograins augmenteront la résistance de l'acier et où une certaine proportion de grains grossiers initiaux favoriseront le stockage des dislocations pour maintenir un niveau de ductilité acceptable (Long et al., 2019).

## I.4 Synthèse des propriétés mécaniques des aciers 316L conventionnels, SLM et post-traités

Afin de synthétiser les principales idées développées dans cette partie bibliographique, à savoir, les meilleures propriétés mécaniques des aciers 316L réalisés par SLM comparées à une méthode de fabrication conventionnelle ainsi que l'évolution inverse entre la ductilité et la résistance des échantillons, des résultats expérimentaux tirés de la littérature sont exposés dans la Figure I. 20. Celle-ci présente l'allongement à rupture par rapport à la limite d'élasticité pour différents aciers 316L réalisés de manière conventionnelle (bleue), produits par SLM (vert) et soumis à un post-traitement mécanique (orange).

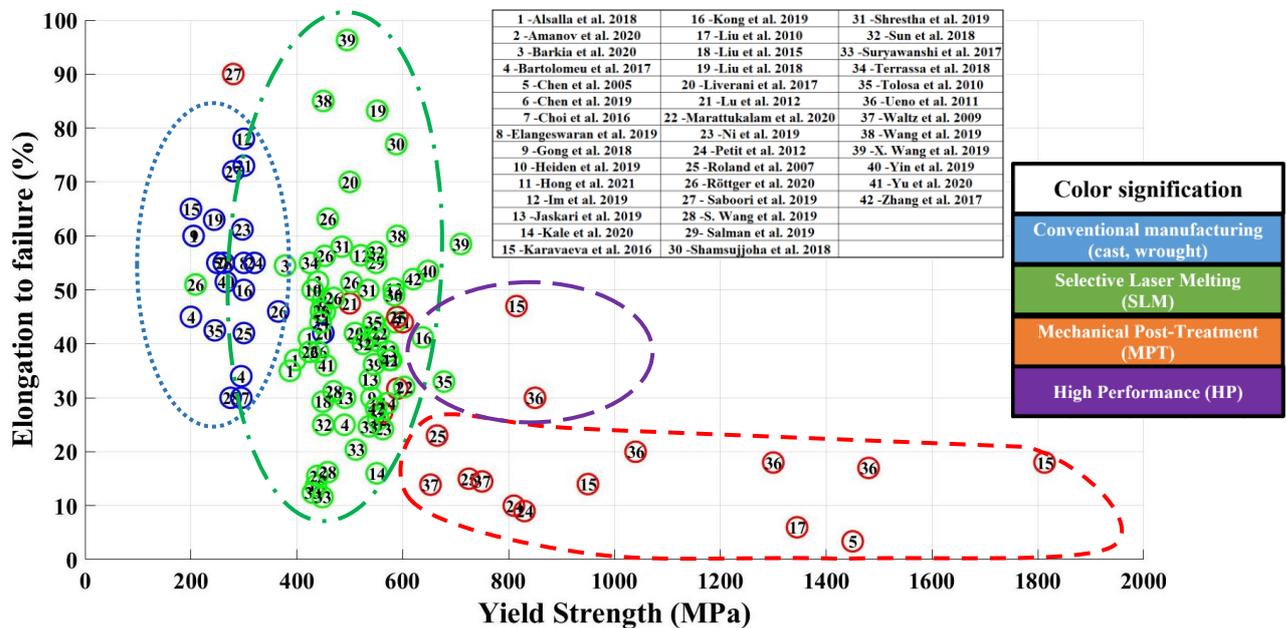


Figure I. 20 : Allongement à rupture par rapport à la limite d'élasticité pour différents aciers 316L réalisés de manière conventionnelle (bleue), produits par SLM (vert) et soumis à un post-traitement mécanique (orange). La zone « Hautes Performances » violette correspond à une zone hypothétique dans laquelle les aciers 316L possèdent un allongement à rupture acceptable couplé à une limite d'élasticité élevée.

La zone bleue correspond aux aciers 316L réalisés de manière conventionnelle. Celle-ci est caractérisée par un allongement à rupture correct et par une limite d'élasticité limitée. La zone verte intègre les valeurs obtenues pour les aciers 316L SLM. La limite d'élasticité est nettement supérieure par rapport aux 316L conventionnels, cela étant dû à la microstructure singulière produite par SLM. Néanmoins, il

apparaît une grande disparité des points expérimentaux dans la zone SLM. Cela s'explique au regard des nombreux paramètres à contrôler et à optimiser (Tableau I. 2), qui, s'ils ne le sont pas, détériorent les propriétés mécaniques. La zone orange concentre les propriétés mécaniques des aciers 316L ayant été traités par différents post-traitements mécaniques de surface (SMAT), comme de volume (ECAP). La réponse à ces différents traitements se caractérise par une diminution drastique de la ductilité en parallèle de l'augmentation de la limite d'élasticité dans une plus ou moins grande mesure suivant la sévérité du traitement employé.

Pour terminer, la Figure I. 20 contient une zone hypothétique aux contours violets qui correspondrait à des aciers 316L présentant une limite d'élasticité élevée tout en conservant un allongement à rupture acceptable. L'accès à cette zone pourrait ainsi être réalisée via l'application d'un nouveau post-traitement développé dans cette thèse. Ce traitement allierait d'une part la dimension mécanique du traitement SMAT qui offre des modifications de propriétés mécaniques parfaitement adaptées aux problématiques liées à la conception par SLM. Et d'autre part, la dimension thermique via un post-traitement thermique qui permettrait de pallier la diminution de la ductilité qu'engendre le SMAT. Ces deux traitements pourraient être réalisés de façon successive ou en simultané. Ainsi, ce traitement permettrait de dessiner les contours d'une nouvelle zone de propriétés mécaniques dites de Haute Performance.

### **I.5 Conclusion**

Ce premier chapitre consacré à la bibliographie a permis de montrer que le post-traitement SMAT est adéquat pour limiter les défauts liés à la fabrication SLM. Malgré le point négatif de ce traitement, à savoir la baisse de ductilité qu'il peut générer, des traitements thermiques de recuit peuvent être employés en association avec le SMAT afin de minimiser cet impact. Ces mêmes traitements mettent en évidence la dépendance de la microstructure cellulaire des aciers produit par SLM à la température de recuit. Cela laisse présager que la température de recuit ainsi que la sévérité du traitement SMAT doivent être maîtrisés afin que le post-traitement global combinant ces deux traitements soit optimal.

Au moment où a été écrit ce travail, seule l'étude de (Sun et al., 2019) a répertorié l'effet du traitement SMAT sur la surface des aciers 316L produits par SLM. Ainsi, de nombreux points n'ont pas encore été abordés dans la littérature comme par exemple l'effet du SMAT sur les propriétés mécaniques des aciers 316L SLM ou encore l'impact de la microstructure cellulaire sur la possible nanocristallisation à la surface de ces aciers.

Ainsi, le chapitre suivant sera consacré à l'étude de la microstructure afin d'étudier la réponse de l'acier 316L SLM au traitement SMAT/Thermique et d'apporter les réponses aux interrogations précédentes.

# Chapitre II : Etude microstructurale

<b>Chapitre II : Etude microstructurale</b> .....	<b>28</b>
II.1 Introduction.....	29
II.2 Définition des traitements et du matériau d'étude .....	29
II.2.1 Traitements SMAT et thermiques employés .....	29
II.2.2 Caractérisation de la poudre d'acier 316L.....	29
II.2.3 Procédé de fabrication .....	32
II.2.3.1 Géométrie des éprouvettes réalisées pour l'étude.....	32
II.2.3.2 Paramètres de fabrication employés .....	33
II.3 Caractérisation des pièces fabriquées .....	33
II.3.1 Caractérisation de la surface .....	33
II.3.1.1 Observation de la dernière couche lasée.....	33
II.3.1.2 Caractérisation de la surface externe .....	35
II.3.2 Analyse par diffraction des rayons X.....	37
II.3.2.1 Phases en présence.....	37
II.3.2.2 Analyse de la déformation du réseau cristallin .....	40
II.3.2.2.1 Principe .....	40
II.3.2.2.2 Application à la détermination de la densité de dislocations.....	41
II.3.3 Caractérisation de la porosité.....	42
II.3.3.1 Par microscopie numérique .....	43
II.3.3.2 Par la méthode d'Archimède .....	45
II.3.3.3 Par tomographie X.....	46
II.4 Etude de la microstructure .....	51
II.4.1 Par Microscopie numérique .....	51
II.4.2 Par Microscopie Electronique à Balayage .....	55
II.4.3 Par EBSD.....	57
II.4.4 Utilisation de lames minces .....	62
II.4.4.1 Echantillons utilisés .....	62
II.4.4.2 Observation de la sous-couche par TKD .....	63
II.4.4.3 Cellules de dislocations .....	64
II.4.5 Hypothèse du rôle de la structure cellulaire.....	64
II.5 Conclusion .....	65

## II.1 Introduction

La réalisation en simultané d'un double traitement exige une bonne compréhension des deux traitements le constituant. Ce chapitre va donc présenter les caractéristiques microstructurales que chacun des traitements révèlent. Après une brève description des traitements appliqués aux éprouvettes, du matériau d'étude constitué de l'analyse de la poudre ainsi que des paramètres de fabrication employés, l'analyse des éprouvettes débutera. Les caractéristiques globales des éprouvettes seront présentées, à savoir, leur état de surface, les phases en présence, ainsi que la porosité. Suivra l'analyse de la microstructure par différentes techniques, MEB, EBSD dans l'optique de comprendre les effets du SMAT et de la température sur la microstructure de l'acier 316L SLM.

## II.2 Définition des traitements et du matériau d'étude

### II.2.1 Traitements SMAT et thermiques employés

Dans le cadre de cette étude, trois différents traitements SMAT ont été employés, de manière à faire varier la sévérité de ce post-traitement afin de quantifier son influence sur les propriétés microstructurales. Les paramètres des différents traitements SMAT à étudier dans cette thèse sont présentés dans le Tableau II. 1. Les paramètres de ces traitements ont été déterminés et optimisés suite à une précédente étude (Chemkhi et al., 2013).

	SMAT Low (SL)	SMAT High (SH)	SMAT Very High (SVH)
Durée de traitement (min)	10	30	20
Diamètre (mm)	2	3	3
Amplitude ( $\mu\text{m}$ )	15	15	25

Tableau II. 1 : Paramètres des différents traitements SMAT employés dans l'étude.

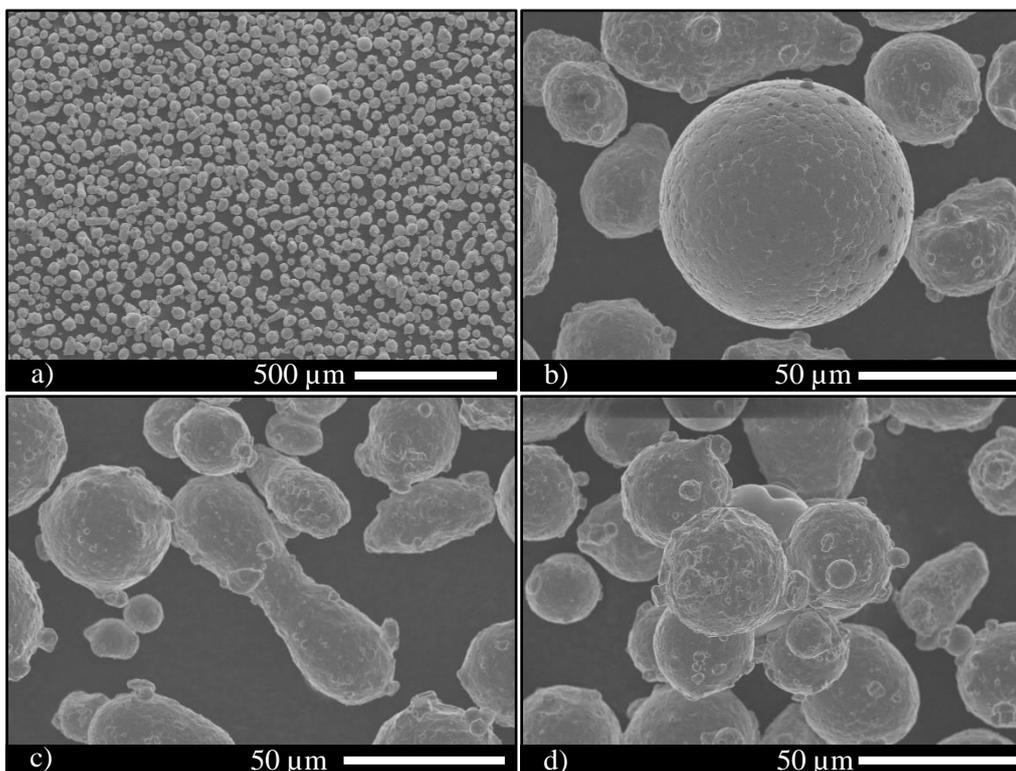
Des traitements de recuit ont également été mis en œuvre afin de répondre aux objectifs de l'étude. Ces traitements thermiques permettent d'étudier l'influence de la température sur la microstructure de l'acier 316L SLM. Les recuits sont réalisés sur une durée d'une heure, dans l'air, à des températures de 400, 600, 800 ou 1000°C dans un four industriel Nabertherm® suivis d'un refroidissement directement dans le four.

L'effet de la température en association avec le SMAT, étudié de manière séquentielle ou en simultanée ne sera étudié que pour la condition SMAT High. Ce choix est motivé par le fait que cette condition offre le meilleur compromis entre l'amélioration des propriétés mécaniques et la diminution de l'allongement à rupture. Cette affirmation sera démontrée lors de la présentation des propriétés mécaniques au chapitre suivant.

### II.2.2 Caractérisation de la poudre d'acier 316L

La poudre d'acier 316L constitue la matière première utilisée dans cette étude pour la réalisation des éprouvettes. Une attention particulière doit être apportée à la poudre car une poudre de mauvaise qualité mène à des pièces possédant des propriétés mécaniques non optimales comme cela a été évoqué dans le premier chapitre. Il est donc intéressant d'étudier cette poudre afin de déceler des caractéristiques susceptibles d'affecter la microstructure des pièces en acier 316L SLM. La poudre employée dans cette étude a été réalisée par « atomisation ». La méthode de fabrication par atomisation permet de former essentiellement des particules sphériques. Néanmoins, la poudre étudiée ne provient pas d'un lot neuf mais provient d'un lot ayant déjà servi à réaliser des éprouvettes en acier 316L SLM. Ainsi, en plus des caractéristiques de la poudre réalisée par atomisation, les conséquences de l'interaction entre le laser lors de la fabrication et la poudre sont observées.

La Figure II. 1a présente un cliché MEB de la poudre en vue large. Les Figure II. 1b, c et d présentent les différents types de particules constituant la poudre. Comme dit précédemment, le procédé d'atomisation permet de former des particules sphériques, comme le montre la Figure II. 1b. Des particules allongées sont également observables (Figure II. 1c). Celles-ci sont dues au refroidissement très rapide des parties projetées lors de l'atomisation par gaz. Par effet centrifuge, la partie atomisée tend à se séparer en deux parties mais le refroidissement très rapide ne laisse pas le temps suffisant à la particule de se séparer complètement, ce qui donne cette forme allongée avec un amincissement au centre. Pour finir, des agrégats de particules sont identifiés sur la Figure II. 1d.



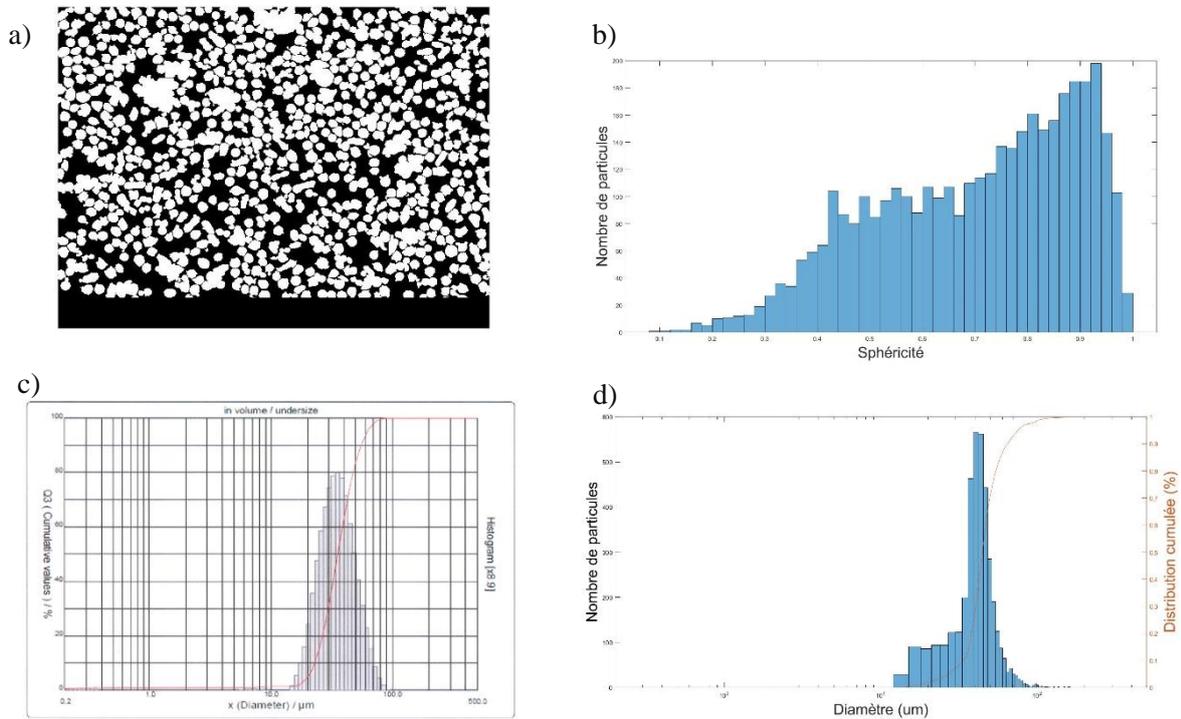
**Figure II. 1 : Images MEB de a) poudre d'acier 316L en vue large, b) d'une particule sphérique, c) d'une particule allongée, d) d'un regroupement de particules.**

Les agrégats de particules présentés sur la Figure II. 1d ne sont pas le résultat du procédé d'atomisation. En effet, ce genre de regroupement est couramment observé dans le cas de poudre ayant été recyclée (Heiden et al., 2019; Terrassa et al., 2018). Certaines particules se sont agglomérées lors d'une interaction avec le laser, ne les faisant pas fondre mais leur permettant de se souder à leur plus proche voisine.

En outre, la distribution granulométrique de la poudre fournie par le fabricant est présentée sur la Figure II. 2c. Celle-ci a été réalisée via un granulomètre laser (CILAS 990 Particle Size Analyser). Comme présenté dans la Figure II.2c, la taille des particules est évaluée entre 10 et 45 µm avec un diamètre moyen D50 à 35.5 µm.

Une comparaison de la distribution granulométrique du fabricant a été faite avec les données recueillies sur des images MEB traitées sous Matlab similaires à la Figure II. 2a. La Figure II. 2b présente la distribution du nombre de particules en fonction du facteur de circularité. Ce facteur, adimensionné, indique si une particule possède une forme proche du cercle (valeur égale à 1) ou au contraire, s'en éloigne (valeur inférieure à 1). Cette donnée permet d'indiquer qu'une majorité de particules présente effectivement une forme circulaire, comme indiqué par le fabricant. La distribution granulométrique déterminée à partir des images MEB est présentée sur la Figure II. 2d. La forme caractéristique d'une distribution monomodale de poudre d'un diamètre moyen D50 de 44.5 µm est observé. La valeur du

diamètre moyen relevée avec les images MEB est supérieure à celle définie par le fabricant. Cela est dû au traitement des images MEB qui ne permet pas de complètement séparer toutes les particules, faisant ainsi passer plusieurs d'entre elles relativement proche pour une seule particule de grosse taille, augmentant ainsi artificiellement la taille moyenne des poudres.



**Figure II. 2 :** a) Figure II. 1a) traitée via Matlab, b) Sphéricité des particules détectées, c) Distribution granulométrique de la poudre d'acier 316L fournie par le fabricant, d) Distribution granulométrique réalisée à partir des images MEB effectuées.

La composition de la poudre est également renseignée par le fabricant, voir Tableau II. 2.

Element	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N
wt%	Balance	0.01	0.53	1.12	0.03	0.013	16.61	10.18	2.15	0.08

**Tableau II. 2 :** Composition de la poudre d'acier 316L.

Comme évoqué précédemment, la poudre étudiée provient d'un lot ayant déjà servi à réaliser des éprouvettes, les précédentes interactions entre la poudre et le laser sont donc observables.

La Figure II. 3a présente une image prise au microscope numérique de la poudre d'acier 316L. Au centre de l'image sont identifiées des particules de poudre agglomérées oxydées dues à leur interaction avec le laser (entourées en pointillés rouges et similaire à la Figure II. 1d précédente). Cette interaction n'a pas été suffisamment localisée pour faire fondre ces particules mais a permis de les agglomérer et d'oxyder leurs surfaces. Outre les problèmes d'oxydation dus à une interaction avec le laser, les particules de poudre présentent des défauts microstructuraux.

La Figure II. 3b présente une image prise au microscope numérique de particules de poudre en vue de coupe. Un nombre non négligeable de particules présente des porosités. Celles-ci peuvent potentiellement poser problème lors de la fusion au cours de la fabrication en transférant cette porosité à l'éprouvette, en supposant que la porosité n'est pas comblée au cours du lasage.

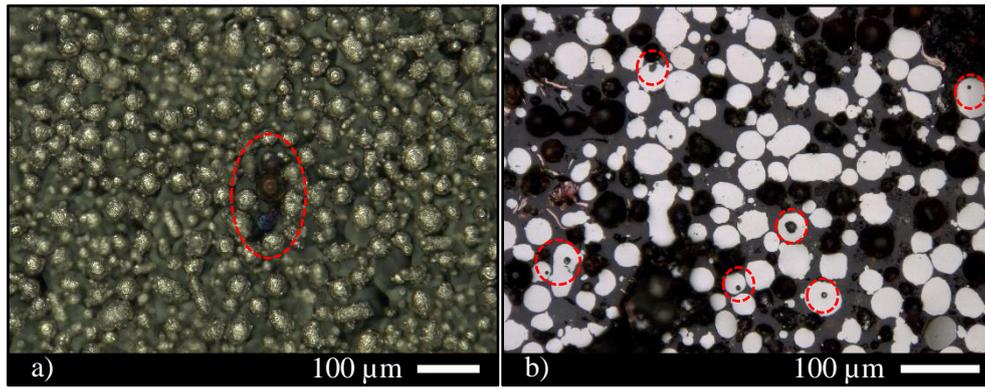


Figure II. 3 : Images réalisées au microscope numérique de a) la poudre d'acier 316L présentant des particules oxydées, b) la poudre d'acier 316L observée en coupe.

La poudre d'acier 316L de forme sphérique est lasée selon le procédé SLM dont les éprouvettes ainsi que la méthode de fabrication sont détaillées dans les paragraphes suivants.

## II.2.3 Procédé de fabrication

### II.2.3.1 Géométrie des éprouvettes réalisées pour l'étude

Pour cette étude, trois types différents d'éprouvettes ont été réalisés. Des éprouvettes de traction, des éprouvettes parallélépipédiques ainsi que des éprouvettes de fatigue.

Comme présenté sur la Figure II. 4a, les éprouvettes ont été réalisées à la verticale (axe Z). Cette orientation a été motivée par le fait qu'une fabrication verticale par rapport au plan XY limite la différence de rugosité entre les deux faces des éprouvettes (plan XZ sur la Figure II. 4b), contrairement au cas d'une réalisation où l'une des faces est disposée directement sur le plateau. De même, la réalisation à la verticale permet de réaliser plus d'éprouvettes que dans le cas d'une conception où les tranches des éprouvettes (plan YZ sur la Figure II. 4b) seraient sur le plateau. Pour la réalisation des éprouvettes de traction, il a dû être utilisé des supports (en rouge sur la Figure II. 4 du plateau de fabrication) car, contrairement aux deux autres types d'éprouvettes dont les dimensions sont disponibles sur la Figure II. 4b, elles ne sont pas « autoportantes ».

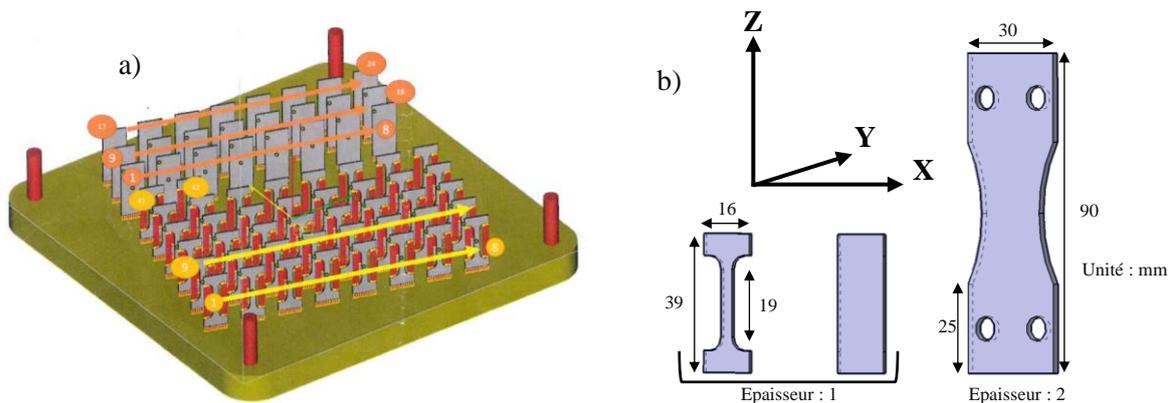


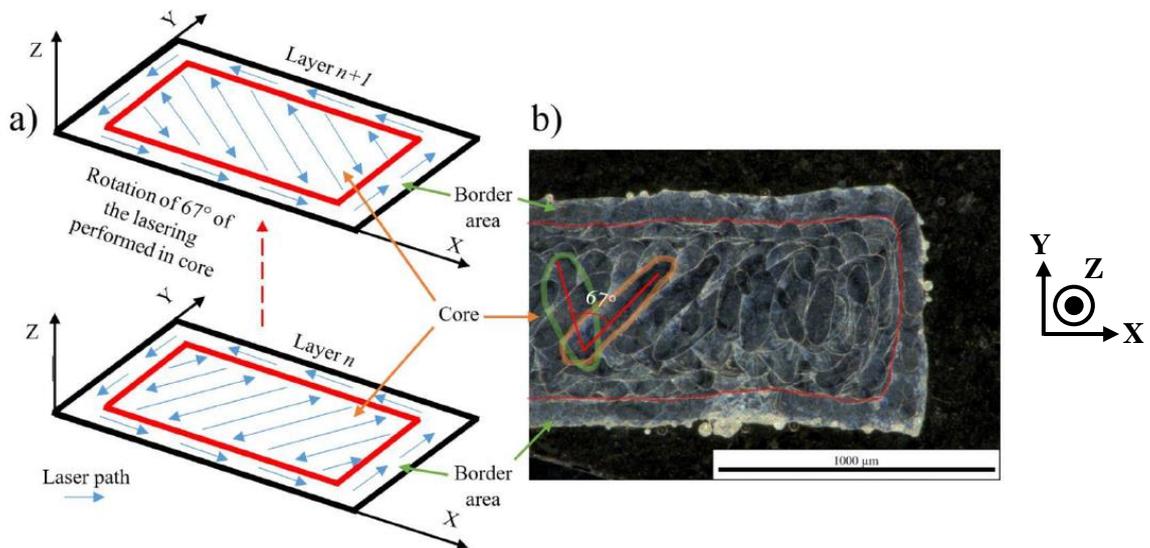
Figure II. 4 : a) Exemple numérique de la disposition des éprouvettes sur un plateau de fabrication, b) Géométrie des différentes éprouvettes réalisées.

Le nombre d'éprouvettes fabriquées au sein d'un même plateau de fabrication est également un paramètre à prendre en compte. Plus la surface du plateau de fabrication est employée à la réalisation des éprouvettes, plus l'interaction entre la poudre et le laser est importante et par conséquent plus grande

sera la contamination au sein de la chambre. Dans notre étude, une soixantaine d'éprouvettes sont réalisées sur un même plateau, comme illustré sur la Figure II. 4a.

### II.2.3.2 Paramètres de fabrication employés

Comme détaillé dans la bibliographie, différents paramètres régissent la fabrication des éprouvettes. Ces paramètres détermineront la qualité finale des éprouvettes produites et donc leurs propriétés mécaniques. La Figure II. 5a présente la stratégie de lasage employée pour la réalisation des éprouvettes et la Figure II. 5b la section chimiquement attaquée d'un échantillon observée au microscope numérique dans laquelle cette stratégie est révélée. Deux zones sont identifiables : le contour (qui est lasé en premier) et le cœur (lasé en second) qui sont réalisées avec des paramètres de fabrication différents. La réalisation du contour suivi du cœur peut s'expliquer par le besoin de conserver un contour lasé identique à chaque couche et ainsi d'obtenir des éprouvettes à la géométrie rigoureusement égale à celle définie au préalable. Chaque passage de laser au sein d'une couche est caractérisé par la rotation de  $67^\circ$  du lasage réalisé dans le cœur. Les passages de laser sont caractérisés par des formes elliptiques correspondantes aux bains de fusion solidifiés.



**Figure II. 5 :** a) Schéma illustrant la stratégie de lasage, b) une vue de la section d'un échantillon en acier 316L réalisé par SLM.

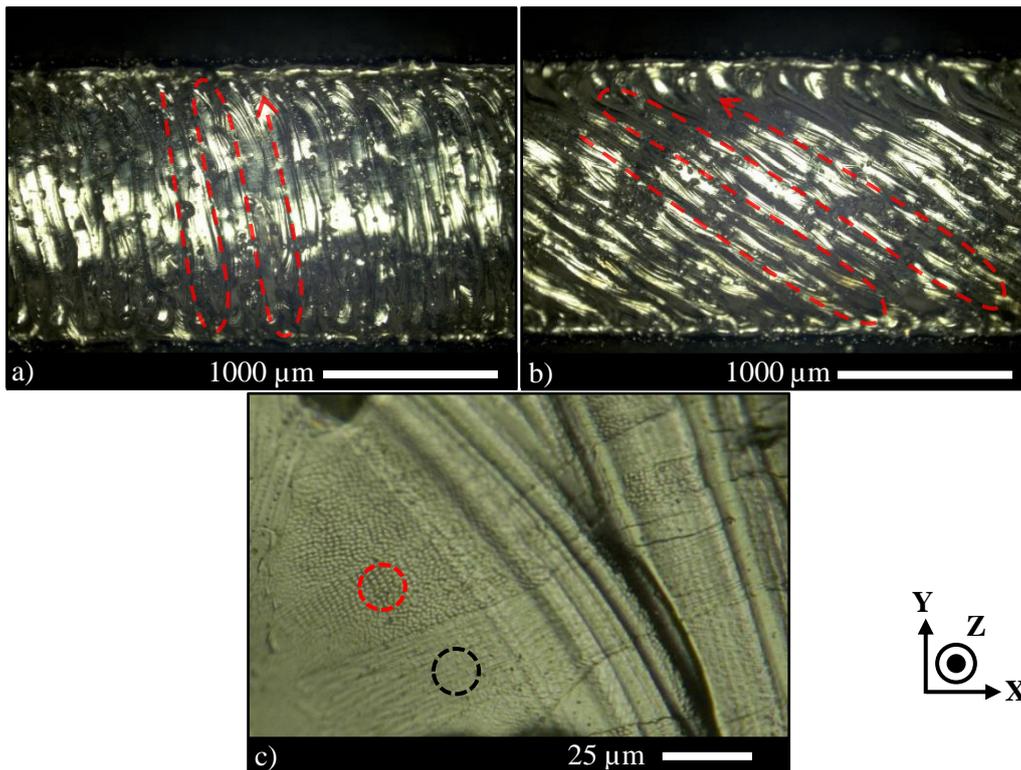
La hauteur de couche  $h$  et l'espacement entre lasage  $e$  sont fixés à respectivement  $50 \mu\text{m}$  et  $80 \mu\text{m}$  dans les deux zones. En ce qui concerne la puissance et la vitesse de lasage, celles-ci sont fixées à  $100 \text{ W}$  et  $300 \text{ mm/s}$  pour le contour et à  $150 \text{ W}$  et  $400 \text{ mm/s}$  pour le cœur. Le plateau de fabrication est porté à une température de  $150 \pm 0.1 \text{ }^\circ\text{C}$  durant toute la durée de fabrication. Le lasage durant la fabrication a été réalisé sous argon. La quantité d'oxygène résiduel a été évaluée à  $0.02\%$  dans la chambre de fabrication.

## II.3 Caractérisation des pièces fabriquées

### II.3.1 Caractérisation de la surface

#### II.3.1.1 Observation de la dernière couche lasée

Les premières observations à réaliser concernent la surface des éprouvettes ainsi que la dernière couche lasée. Les Figure II. 6a et b présentent la surface de la dernière couche lasée observée au microscope numérique de deux éprouvettes de traction.



**Figure II. 6 : a-b) Images numériques de la dernière couche lasée observée sur des éprouvettes de traction présentant un lasage différent, c) Microstructure observée à la surface de la dernière couche lasée d'une éprouvette de traction.**

Les Figure II. 6a et b présentent la dernière couche lasée sur deux éprouvettes distinctes. Il apparaît que le passage du laser (trait pointillé rouge) n'a pas été réalisé de la même façon sur les deux éprouvettes. Cela indique donc qu'au sein d'un même plateau de fabrication, le début du lasage des éprouvettes est effectué de manière aléatoire, résultant ainsi à une observation différente du passage du laser sur la dernière couche lasée des éprouvettes. En utilisant un grossissement suffisant, la Figure II. 6c laisse apparaître la microstructure cellulaire dont la croissance s'effectue suivant plusieurs directions (symbolisée sur la Figure II. 6c par des cercles en pointillés de couleurs différentes).

L'observation par MEB permet d'obtenir des détails plus précis sur la dernière couche lasée. La Figure II. 7a permet de constater l'effet du passage du laser. Les gradients thermiques, qui se forment à chaque passage de laser, sont observables à la jonction entre les zones du cœur et du contour sous la forme de demi-cercle. De plus, la surface présente de nombreux défauts susceptibles d'être néfastes pour l'élaboration des couches suivantes, tels que la présence de particules de poudre non fondues (Figure II. 7b) ainsi que des fissurations externes résultant des gradients thermiques élevés (Figure II. 7c). De plus, la microstructure cellulaire observée précédemment sur la Figure II. 6c est également identifiée sur la Figure II. 7c (entourée en pointillés rouge).

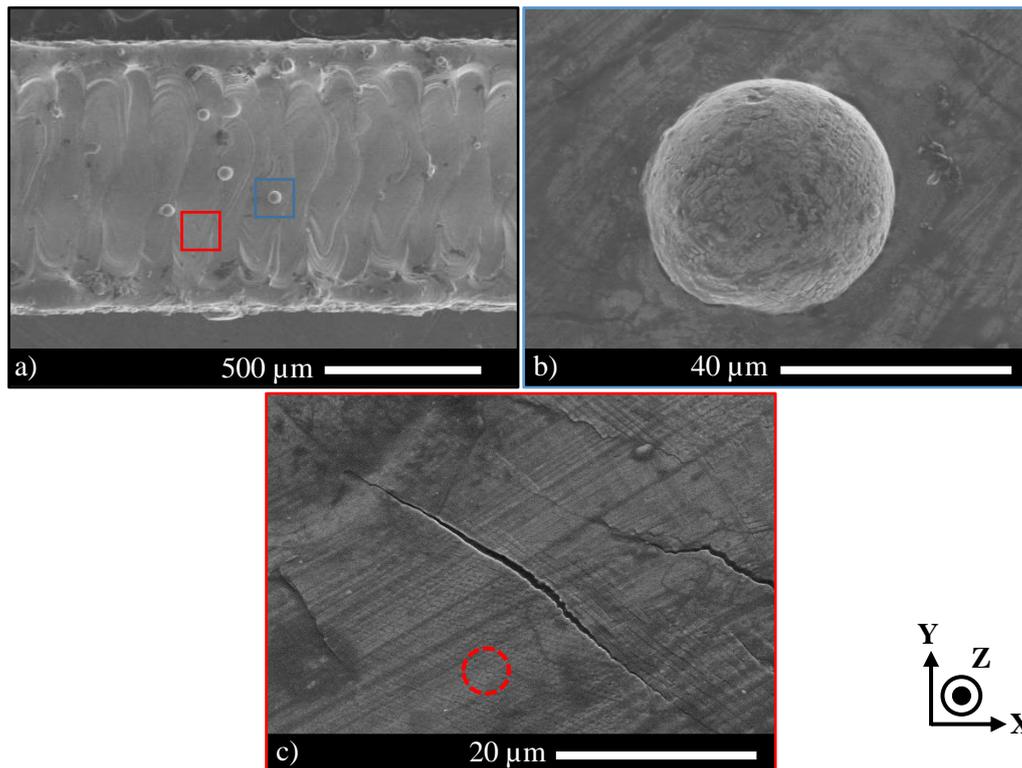


Figure II. 7 : a) Image MEB de la dernière couche lasée d'une éprouvette, b) Particule de poudre non fondue en surface de la dernière couche lasée, c) Fissuration externe au sein de la dernière couche lasée.

### II.3.1.2 Caractérisation de la surface externe

La Figure II. 8a présente une image MEB de la surface d'un échantillon brut de fabrication. Les particules de poudre y sont présentes en grand nombre, avec des diamètres pouvant varier. La Figure II. 8b correspond à l'agrandissement d'une zone de la précédente image. Les conclusions des observations précédemment réalisées sur la Figure II. 6 et Figure II. 7 sont les mêmes dans ce cas, notamment les fissures résultantes du refroidissement.

L'application du traitement SMAT a un impact direct sur la surface de l'acier 316L SLM. La Figure II. 8c présente une surface SMATée, et plus particulièrement la jonction entre la partie SMATée et celle non atteinte. Au fur et à mesure des impacts des billes, les particules de poudres solidifiées à la surface de l'échantillon sont, aplaties sur la surface. Certaines zones ne sont néanmoins pas atteintes directement par le traitement, la Figure II. 8d en présente une. Il y apparaît que la matière à la surface s'est agencée sous la forme d'escalier pour former des lignes parallèles espacées de quelques centaines de nanomètres à la surface de l'échantillon ainsi traité.

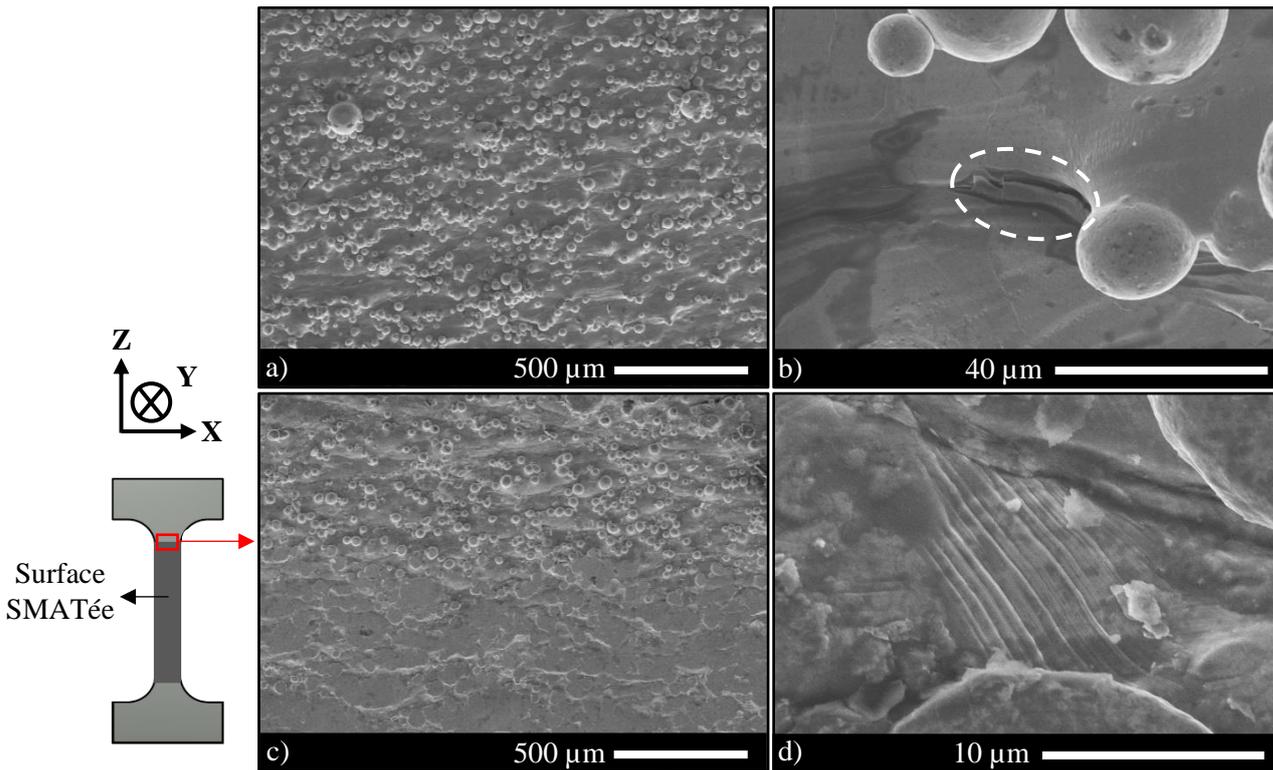


Figure II. 8 : Images MEB de a) la surface brute de fabrication, b) agrandissement d'une surface brute, c) limite d'une surface SMATée Low, d) bandes de glissement sur une surface SMATée Low.

Ces lignes parallèles sont désignées comme étant des bandes de glissement, résultant de la déformation plastique. Ces bandes de glissement en surface sont identifiables par un effet de marche accompagnant chaque bande, constituée d'une accumulation d'un grand nombre de dislocations dans le même plan cristallin. Les plans de glissement se révèlent être le plus souvent les plans de plus forte densité, ce qui, dans le cas de l'acier austénitique 316L, correspondrait aux plans  $\{111\}$ . Les bandes de glissement sont usuellement observées à la surface d'éprouvettes en acier 316L conventionnel ayant été sollicitées en fatigue (Figure II. 9a) ou traitées par nitruration (Figure II. 9b). Des glissements initiés le long d'autres plans cristallographiques peuvent être révélés après une déformation plus importante comme le montre la Figure II. 9c de la surface d'un acier 316L SLM SMATé High.

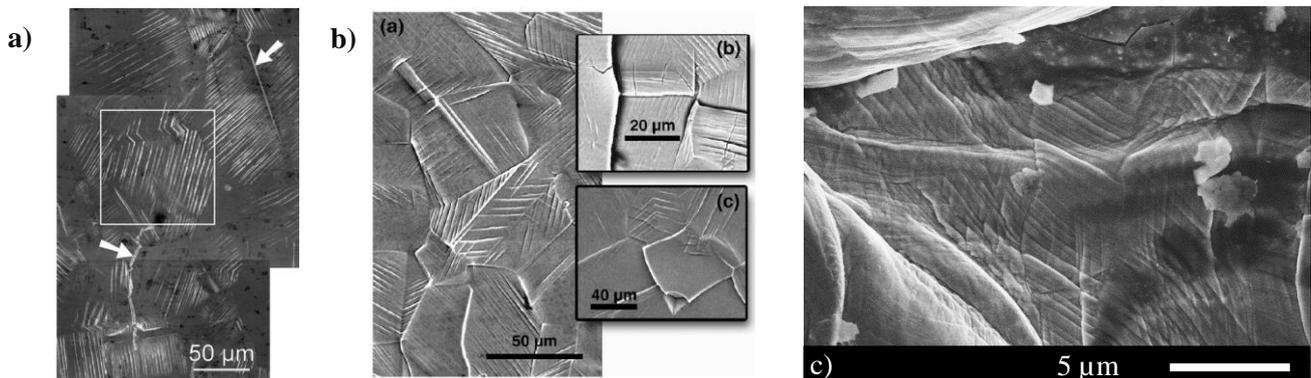


Figure II. 9 : a) Images MEB d'un acier 316L conventionnel fatigué à 20 000 cycles (Man et al., 2003), b) Images MEB de la surface d'un acier 316L conventionnel nitruré pendant 33h ((a) présence de bandes de glissement dans chaque grains – (b) présence de fissures – (c) début de délamination de grains) (Stinville et al., 2010), c) Bandes de glissement initiées suivant plusieurs plans cristallographiques sur une surface SMATée High d'un acier 316L SLM de notre étude.

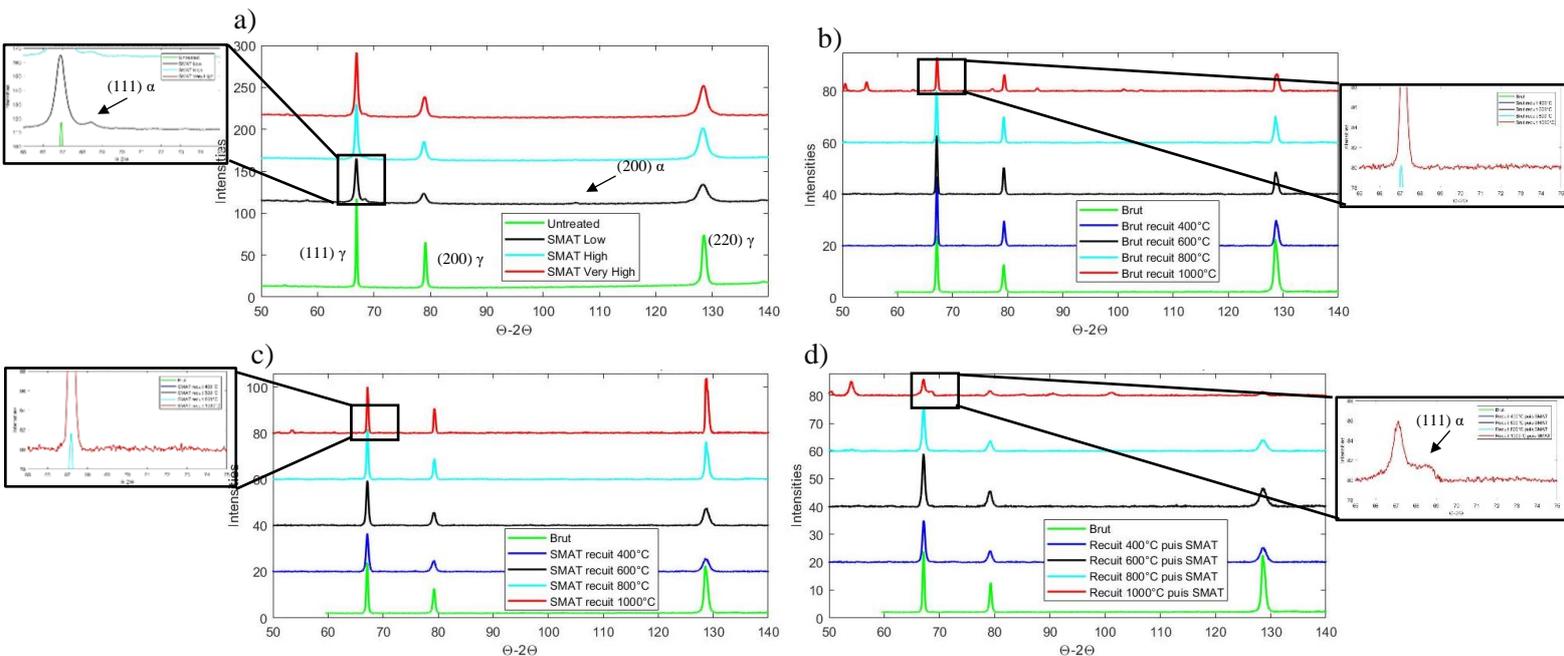
## II.3.2 Analyse par diffraction des rayons X

### II.3.2.1 Phases en présence

L'utilisation de la diffraction des rayons X permet de générer des diffractogrammes, permettant l'identification des phases en présence dans le matériau (en surface). Comparé à la base de données préexistante, il est possible de déterminer la nature du matériau étudié et donc la potentielle formation de nouvelles phases après divers traitements. Les diffractogrammes réalisés sur l'acier 316L SLM suivi des différents post-traitements sont présentés sur la Figure II. 10.

La Figure II. 10a présente les diffractogrammes relevés à la surface d'éprouvettes ayant été SMATées aux différents traitements SMAT employés (voir Tableau II. 1). L'acier 316L produit par SLM possède une structure austénitique caractérisée par les pics de diffraction (111), (200) et (220). L'application du traitement SMAT ne modifie pas cette structure. Il apparaît néanmoins de nouveaux pics de diffraction, plus particulièrement le pic (111) de la martensite. La martensite obtenue après le post-traitement mécanique est le résultat de la transformation de l'austénite métastable en martensite causée par la déformation plastique générée en surface durant le traitement.

La Figure II. 10b présente les diffractogrammes relevés à la surface d'éprouvettes traitées thermiquement à différentes températures. La structure austénitique reste la même pour tous les échantillons. Seul l'échantillon recuit à 1000°C présente des pics supplémentaires résultant de la formation d'oxyde à la surface de l'acier 316L SLM. La Figure II. 10c présente les diffractogrammes relevés à la surface d'éprouvettes traitées par SMAT puis recuites à différentes températures. Là encore, aucune variation de la structure austénitique n'est relevée. Il apparaît néanmoins que l'oxydation de l'échantillon SMATé puis recuit à 1000°C est réduite par rapport au seul cas recuit à 1000°C de la Figure II. 10b. En effet, il a été montré l'effet bénéfique du traitement SMAT sur la tenue à la corrosion des aciers ainsi traités (Benafia et al., 2014). Pour finir, La Figure II. 10d présente les diffractogrammes relevés à la surface d'éprouvettes recuites à différentes températures puis SMATées. Seule le cas recuit à 1000°C puis SMATé présente la particularité de présenter un pic de martensitique bien plus prononcé que la cas simplement SMATé de la Figure II. 10a.



**Figure II. 10 : Diffractogrammes d'échantillons en acier 316L SLM a) SMATés, b) recuits, c) SMATés puis recuits, d) recuits puis SMATés.**

Un point important à relever sur les diffractogrammes de la Figure II. 10a est que la proportion de martensite obtenue reste négligeable, et ce, quel que soit la sévérité du traitement SMAT employé. Les traitements SMAT d'une sévérité plus prononcée (notamment le SMAT Very High) n'augmente pas la proportion de martensite formée à la surface. L'étude de (Roland et al., 2007) a pu montrer une proportion de martensite bien plus prononcée après un traitement SMAT réalisé dans les mêmes conditions que le SMAT Very High de cette étude. Cela semble indiquer que l'acier de notre étude possède une plus faible capacité à former de la martensite. Pour le vérifier, la composition chimique de l'acier permet de calculer la température  $Md_{30}$ , correspondant à la température à laquelle 50% de la structure austénitique s'est transformée en martensite pour une contrainte effective de 30% (Sourmail, 2001) s'exprimant ainsi :

$$Md_{30}(^{\circ}C) = 497 - 462(C + N) - 9.2Si - 8.1Mn - 13.7Cr - 20Ni - 18.5Mo \quad \text{II. 1}$$

où les éléments chimiques sont exprimés en pourcentages massiques. Le Tableau II. 3 présente suivant différents auteurs la température  $Md_{30}$  déterminée en fonction de la composition de l'acier ainsi que la présence ou non de martensite relevée après un post-traitement appliqué à l'éprouvette.

Auteur/média	$Md_{30}$ (Sourmail, 2001)	Post-traitement appliqué / Présence de martensite
Portella et al. / poudre 316L	-29.46	SMATé / Négligeable
(Roland et al., 2007) / 316L conventionnel	-39.2	SMATé / Oui
(Waltz et al., 2009) / 316L conventionnel	-14.2	SMATé puis co-laminé / Suggéré mais non observé
(Chemkhi et al., 2013) / 316L conventionnel	-145.9	SMATé / Non
(Samih et al., 2013) / 316L conventionnel	-100	SMATé / Non
(Blinn et al., 2020) / poudre 316L	-94.2	Recuit / Non
(Andreatta et al., 2019) / poudre 316L	-82.9	-
(Andreatta et al., 2019) / 316L SLM	-58.6	-
(Mohd Yusuf et al., 2020) / poudre 316L	-76.2	High Pressure Torsion / Non

**Tableau II. 3 : Température  $Md_{30}$  déterminée en fonction de la composition de l'acier ainsi que la présence ou non de martensite relevée après un post-traitement suivant différents auteurs.**

En reprenant l'étude de (Roland et al., 2007), l'acier employé par les auteurs a une température  $Md_{30}$  inférieure à celle de notre acier. Cela indique donc que l'acier 316L utilisé dans notre étude possède une stabilité austénitique plus faible et serait logiquement plus favorable à la formation de martensite par déformation plastique. Néanmoins, les diffractogrammes de la Figure II. 10a indiquent le contraire. De plus, les autres températures  $Md_{30}$  appliquées à d'autres auteurs travaillant sur l'acier 316L conventionnel dans le Tableau II. 3 (Waltz et al., Chemkhi et al., Samih et al.) sont en accord avec la présence de martensite relevée après un post-traitement par les auteurs.

Ainsi, deux conclusions sont susceptibles de répondre à cette interrogation. Soit une erreur de mesure dans les diffractogrammes qui permettrait d'expliquer que la martensite n'apparaît pas de manière significative après un traitement SMAT. Ou alors un autre facteur qui permet d'expliquer l'absence de martensite n'a pas été pris en compte.

Concernant l'erreur de mesure, cela pourrait provenir de la composition chimique de notre acier utilisée pour calculer la température  $Md_{30}$ . Celle-ci est affichée dans le Tableau II. 2 et correspond à la composition de la poudre constitutive des échantillons. Ainsi, il peut être émis l'hypothèse qu'après la fabrication par SLM, les éprouvettes ne présentent pas la même composition chimique que celles des poudres initiales. Une légère variation de composition chimique pourrait ainsi modifier la température  $Md_{30}$  et l'abaisser à une valeur plus faible, expliquant ainsi une stabilité austénitique élevée et donc une formation de martensite quasi-négligeable. Néanmoins, cette hypothèse ne peut être retenue étant donné le résultat obtenu par (Andreatta et al., 2019). En effet, les auteurs de cette étude ont déterminé la

composition chimique de la poudre d'acier 316L ainsi que des échantillons réalisés par SLM (conditions de fabrication similaires aux éprouvettes de cette étude) avec cette même poudre. La composition chimique présente une légère différence. Le Tableau II. 3 présente la température  $Md_{30}$  affichée par la poudre et les échantillons produits par SLM d'après l'article de Andreatta et al.. Ces deux températures suggèrent donc que les échantillons produit par SLM ont une stabilité austénitique plus faible que la poudre étant donné que la valeur de la température  $Md_{30}$  est plus élevée pour les échantillons que pour la poudre. En transposant ce cas à notre étude, cela signifierait donc que la température  $Md_{30}$  de nos échantillons en acier 316L est plus élevée que celle déterminée à partir des compositions chimiques de la poudre utilisée pour la fabrication. Ainsi, nos échantillons possèdent une stabilité austénitique encore plus faible que celle de la poudre, ce qui renforce un peu plus cette incompréhension.

De plus, d'autres auteurs travaillant sur l'acier 316L SLM ont pu indiquer ne trouver aucune trace de martensite dans leurs échantillons après déformation plastique (Blinn et al. et Mohd Yusuf et al. dans le Tableau II. 3). Leurs résultats sont en accord avec la valeur de la température  $Md_{30}$  qu'il est possible de déterminer à l'aide de la composition de leur poudre. Ainsi, il apparaît qu'aucun élément présenté par d'autres auteurs ne permettent de corroborer le fait que la transformation martensitique soit atténuée dans les aciers 316L réalisés par SLM quand bien même tout indique le contraire dans notre cas.

Néanmoins, jusqu'à maintenant, la justification de l'absence de martensite n'a été traitée que sous l'angle de la composition chimique, ce qui a mené à une contradiction. D'autres facteurs sont en effet susceptibles de modifier le comportement de la transformation martensitique, à savoir la microstructure. En effet, hormis la différence de composition chimique entre l'acier 316L conventionnel de Roland et al. et celui employé dans cette étude, la microstructure est complètement différente, comme présenté dans le précédent chapitre.

Cette différence de microstructure a un impact prépondérant sur la transformation martensitique. En effet, (Hong et al., 2019) ont reporté le fait que la microstructure singulière de l'acier 316L produit par SLM (forte densité de joints de grains faiblement désorientés ainsi que la fine microstructure cellulaire) réduit les sites de nucléation de la martensite et renforce ainsi la stabilité austénitique. Ce nouvel élément permet donc de comprendre les précédentes contradictions observées et de montrer que la structure atypique de l'acier 316L SLM joue un rôle important dans la transformation martensitique.

Cet élément de réponse fait écho au diffractogramme de l'acier 316L SLM recuit à 1000°C puis SMATé de la Figure II. 10d dans lequel la martensite apparaît significativement. Pour cause, comme il sera montré plus tard dans ce chapitre concernant l'évolution de la microstructure suite aux traitements thermiques, le recuit opéré à 1000°C a pour conséquence de supprimer la structure cellulaire de l'acier 316L SLM. Pour attester le fait que la microstructure cellulaire impacte la formation de martensite par SMAT, les principaux diffractogrammes permettant d'expliquer ce point sont présentés sur la Figure II. 11. Celle-ci présente les diffractogrammes de l'acier 316L SLM sans traitement, simplement SMATé, recuit à 1000°C et recuit à 1000°C puis SMATé. Ainsi, le pic de martensite (111) apparaît nettement à côté de celui de l'austénite (111) dans le cas recuit puis SMATé. Le diffractogramme de l'acier simplement recuit permet de constater qu'aucun pic n'apparaît à ce même emplacement du fait de l'oxydation de la surface après recuit. Cela permet d'exclure l'apparition de ce pic par simple traitement thermique et de l'attribuer à l'action conjointe du traitement thermique, supprimant la structure cellulaire, suivi du traitement SMAT. La principale conclusion de l'article de Hong et al. est ainsi vérifiée dans notre cas. Ce résultat laisse présager une interaction particulière entre le traitement SMAT et la microstructure de l'acier 316L SLM.

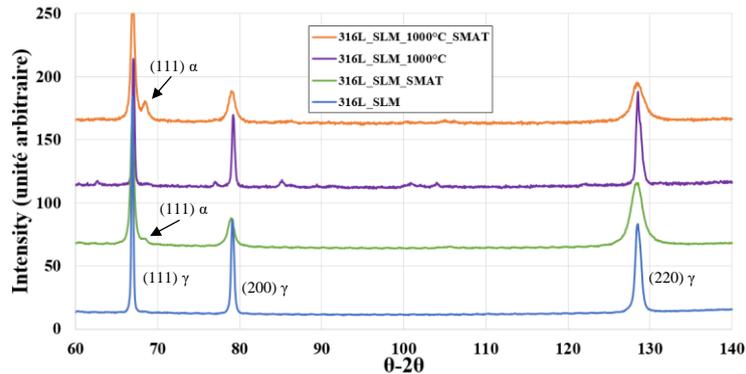


Figure II. 11 : Diffractogrammes d'échantillons en acier 316L SLM brut, SMATé, recuit à 1000°C et recuit à 1000°C puis SMATé.

Les diffractogrammes ne servent pas uniquement à déterminer les phases en présence dans le matériau. L'évolution des pics de diffraction (largeur et localisation en  $2\theta$ ) sont révélateurs de la déformation du réseau cristallin à la suite d'un post-traitement. Cette déformation peut ensuite servir à déterminer des grandeurs physiques comme présentées dans la section suivante.

### II.3.2.2 Analyse de la déformation du réseau cristallin

#### II.3.2.2.1 Principe

Après un traitement de surface tel que le SMAT, la forme des pics de diffraction est légèrement modifiée, conséquence de la déformation du réseau cristallin. Comme présenté sur la Figure II. 12, le traitement SMAT élargit le pic de diffraction initial. Cette modification du pic de diffraction est la conséquence des microdéformations dans le réseau cristallin à la suite du traitement de surface. Ces microdéformations se traduisent par des variations locales de la distance interréticulaire  $d$  du plan cristallin par des distorsions qui sont générées par des défauts tels que les dislocations. La quantification du nombre de dislocations dans le réseau peut être déterminée en utilisant un logiciel spécifique utilisant en entrée les diffractogrammes réalisés.

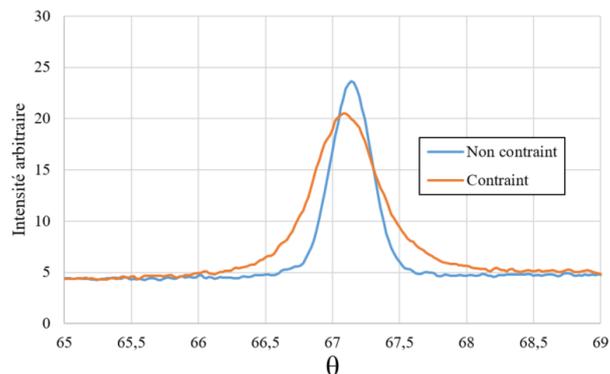


Figure II. 12 : Pic de diffraction (111) de l'acier 316L SLM à l'état brut (bleu) et SMATé (orange).

Le logiciel MAUD (MATERIAL Using Diffraction) est un logiciel développé par Lucas Lutterotti. Se basant sur la méthode de Rietveld (Lutterotti et al., 2007; Lutterotti, 2010), le logiciel permet de modéliser un diffractogramme expérimental suivant une fonction mathématique. Cette fonction mathématique dépend d'un nombre de paramètres de toutes sortes tels que la composition/proportion des phases, la structure cristalline en passant par l'interaction avec le rayonnement utilisé. Tous ces paramètres permettent ainsi d'obtenir, après un certain nombre d'itérations, un profil décrivant au mieux le diffractogramme expérimental, comme l'illustre la Figure II. 13.

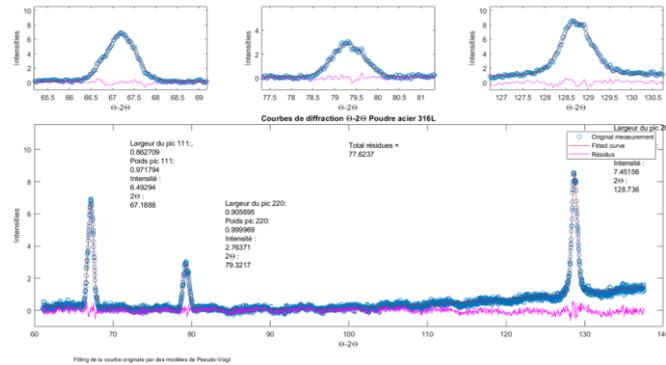


Figure II. 13 : Diffractogramme expérimental modélisé (points bleus).

### II.3.2.2.2 Application à la détermination de la densité de dislocations

De tous les paramètres pouvant être par la suite extraits de ce modèle, deux sont particulièrement intéressants, à savoir, la taille des cristallites  $D$  et la microdéformation  $\varepsilon$ . En effet, ces deux paramètres vont permettre de déterminer la densité de dislocations  $\rho$  suivant la formule suivante (Williamson and Smallman, 1956) :

$$\rho = \frac{2\sqrt{3} * \langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{D * b} \quad \text{II. 2}$$

le paramètre  $b$  représentant la valeur absolue du vecteur de Burgers, égale à 0.25 nm (El-Tahawy et al., 2017). La densité de dislocations est ainsi un indicateur de la déformation plastique subie par l'échantillon au cours du traitement SMAT.

	D [nm]	$\varepsilon$ [1]	$\rho * 10^{14}$ [m <sup>-2</sup> ]
Untreated	1260	$6,6 * 10^{-4}$	0,7
SMAT	420	$1,7 * 10^{-3}$	5,5

Tableau II. 4 : Valeurs obtenues pour la taille des cristallites  $D$  et la microdéformation  $\varepsilon$  avec le logiciel MAUD ainsi que la densité de dislocations associée pour les échantillons brut et SMATé.

Le Tableau II. 4 présente ainsi les résultats obtenus après le fitting des diffractogrammes expérimentaux dans le cas d'un échantillon brut et SMATé. La densité de dislocations est évaluée à  $0,7.10^{14} \text{ m}^{-2}$  dans le cas du matériau brut. Cette valeur est de l'ordre de grandeur de celle disponible dans la bibliographie (Gorsse et al., 2017), attribuée à la particularité microstructurale due à la méthode de fabrication employée. L'utilisation du post-traitement SMAT augmente la densité de dislocations en surface par un facteur 8. Cette valeur est en accord avec les mesures d'autres auteurs ayant pu étudier l'impact d'un traitement de torsion sous haute pression sur des aciers 316L SLM (Mohd Yusuf et al., 2020). De plus, les bandes de glissement, observées précédemment sur les Figure II. 8d et Figure II. 9c sont le témoignage de l'augmentation de la densité de dislocation en surface. Il n'est donc pas illogique de déterminer une augmentation significative de la densité de dislocations en surface après SMAT.

Un autre point intéressant à étudier concernant la densité de dislocations est de déterminer à partir de quelle durée de traitement cette dernière atteint sa densité maximale. Pour ce faire, il pourrait être employé la méthode d'extraction de la densité de dislocations précédemment décrite mais celle-ci est relativement fastidieuse à employer. Des méthodes plus simples sont disponibles pour déterminer cette valeur de densité  $\rho$ . La densité de dislocations peut s'exprimer suivant (Yin et al., 2019) :

$$\rho = k * \frac{\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{b^2} \quad \text{II. 3}$$

où  $k$  est un coefficient égal à 16.1 pour les matériaux à structure cubique à faces centrées,  $b$  le vecteur de Burgers et  $\varepsilon$  la microdéformation. Pour récupérer cette dernière valeur, l'emploi d'une autre formule est nécessaire :

II. 4

$$\delta * \cos\theta = 2\varepsilon * \sin\theta + \frac{\lambda}{D}$$

où  $\delta$ ,  $\theta$ ,  $\lambda$ ,  $D$ ,  $\varepsilon$  sont respectivement la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction, l'angle de Bragg, la longueur d'onde du tube employé, la taille des cristallites et la microdéformation. En étudiant les pics de diffraction comme ceux présentés sur la Figure II. 13, les différentes valeurs peuvent être extraites des trois pics de diffraction de l'acier 316L SLM et D ainsi que  $\varepsilon$  sont acquis suivant la fonction affine  $y=ax+b$  de l'équation II. 4 ( $y = \delta * \cos\theta, x = 2\sin\theta, a = \varepsilon, b = \lambda/D$ ).  $\varepsilon$  est ensuite injectée dans l'équation II. 3 permettant de déterminer la valeur de la densité de dislocations  $\rho$ .

La Figure II. 14 présente l'évolution de la densité de dislocations selon deux configurations différentes. La première (Figure II. 14a) présente cette évolution en fonction du temps de traitement obtenue en analysant une éprouvette parallélépipédique traitée à différentes durées de traitement. La deuxième (Figure II. 14b) suivant la profondeur de mesure à la surface d'une autre éprouvette parallélépipédique ayant été préalablement traitée durant 30 min et polie successivement à l'aide de disques diamantés pour, d'une part ne pas retirer trop de matière d'un coup et d'autre part, pour ne pas introduire de nouvelles contraintes dans l'échantillon. Chaque point de mesure présenté sur les graphes correspond à une moyenne de deux valeurs de densité de dislocations. Chaque valeur de densité de dislocations est extraite à partir d'un diffractogramme effectué aléatoirement à la surface de l'échantillon dans des conditions similaires de mesures.

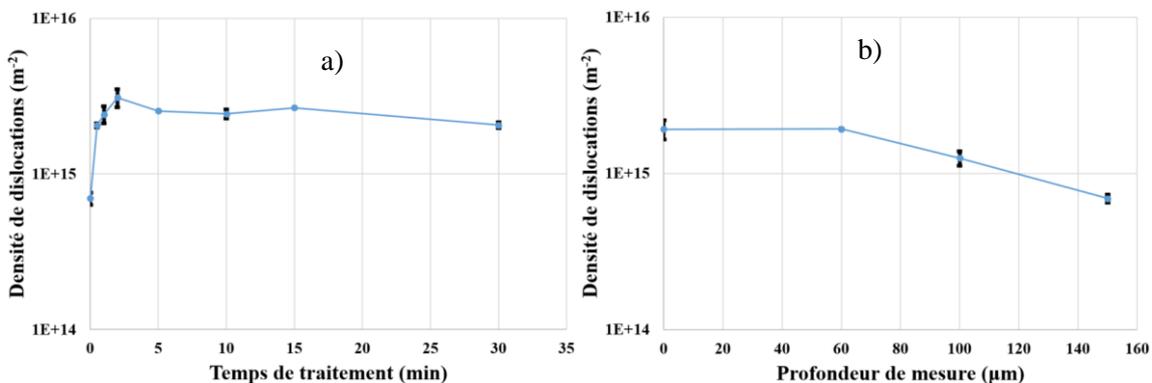


Figure II. 14 : a) Evolution de la densité de dislocations en fonction du temps de traitement SMAT effectué, b) Evolution de la densité de dislocations en fonction de la profondeur de mesure sur un échantillon préalablement traité par SMAT durant 30 min.

Deux informations peuvent être tirées de ces figures. La première est que la densité de dislocations atteint sa valeur maximale en l'espace de quelques minutes (moins de 5) pour se stabiliser le reste du temps du traitement. La deuxième information permet de montrer que la densité de dislocations ne reste stable que sur une faible épaisseur. En effet, la densité de dislocations reste stable jusqu'à une épaisseur de l'ordre de 60  $\mu\text{m}$  pour chuter et retrouver sa valeur initiale avant traitement au bout de 150  $\mu\text{m}$ .

Ces informations permettent de soulever des interrogations concernant l'interaction entre la microstructure de l'acier 316L SLM et le traitement SMAT, à savoir que la microstructure cellulaire des aciers 316L SLM pourrait jouer un rôle dans la génération de nouvelles dislocations à la surface d'échantillons SMATés.

### II.3.3 Caractérisation de la porosité

L'étude de la porosité peut être réalisée selon trois méthodes différentes.

La première méthode consiste en la visualisation par microscopie numérique de la section d'un échantillon suivant l'axe voulu. Cette action, répétée plusieurs fois permettra de déterminer la densité surfacique ainsi que d'obtenir une estimation de la forme des porosités renseignant également la possible origine physique de leur formation.

La deuxième méthode est la méthode d'Archimède qui est une méthode non destructive. Comme son nom l'indique, cette méthode fait appel à la poussée d'Archimède. A la suite d'une série de pesées dans l'air ambiant et dans un fluide, il est possible de remonter à la densité de l'échantillon.

La dernière méthode est la tomographie X. Cette méthode, qui est la plus complète, est une méthode destructive. Dans les faits, le volume qu'il est possible d'étudier à l'aide de cette méthode reste faible (quelques cm<sup>3</sup>) et il est donc nécessaire de retirer ce volume de l'échantillon initial sans pouvoir l'utiliser lui-même entièrement.

A l'inverse des deux précédentes méthodes, la tomographie X permet d'obtenir un éventail complet de données sur les porosités, à savoir, leur forme, leur volume, leur répartition. Ceci constitue des informations supplémentaires dans la compréhension des propriétés mécaniques.

Ces trois méthodes sont ainsi présentées plus en détail par la suite pour quantifier le taux de porosité de nos échantillons.

### II.3.3.1 Par microscopie numérique

Dans le cadre de la première méthode, il a été utilisé une éprouvette parallélépipédique (voir Figure II. 4b) pour laquelle des découpes successives dans le plan XY à différentes valeurs de l'axe Z ont été réalisées pour en observer la section. Les zones de découpes sont indiquées sur la Figure II. 15a. Les différentes observations réalisées ont été intégrées dans une seule et même image. La Figure II. 15b présente ce résultat. Ainsi, cela permet de superposer sur une section toutes les porosités détectées, et ce, afin de déterminer une éventuelle zone préférentielle de formation de ces porosités.

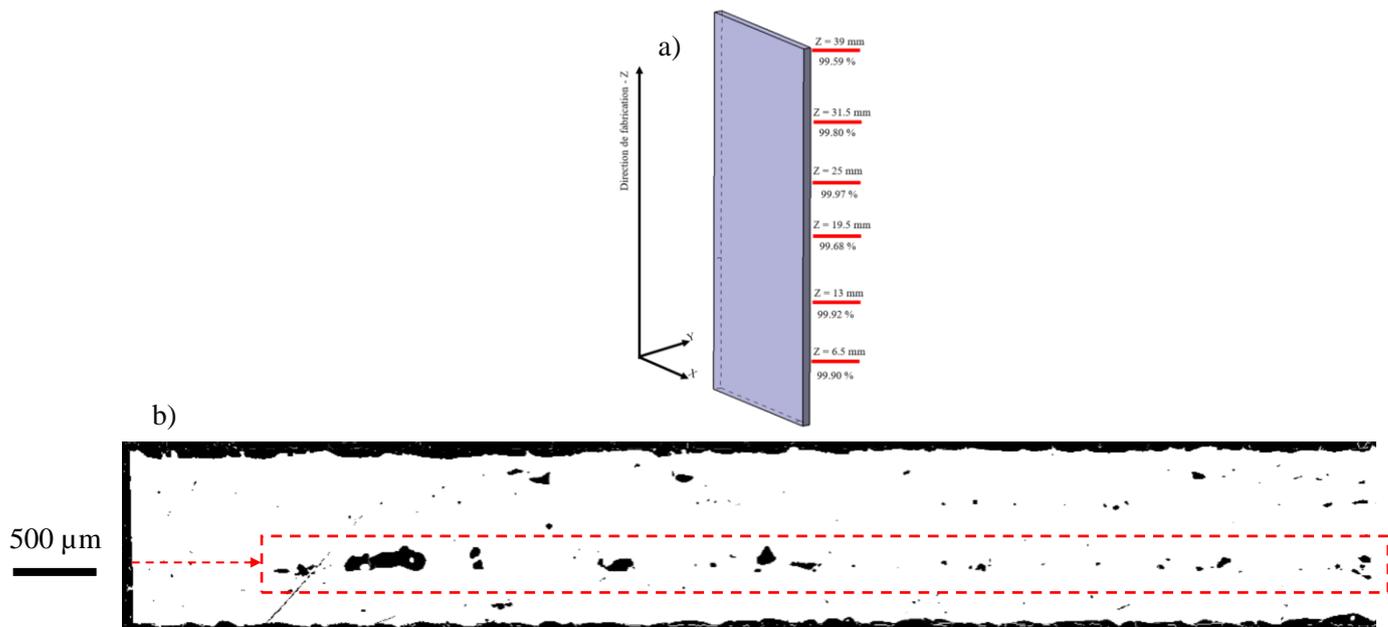
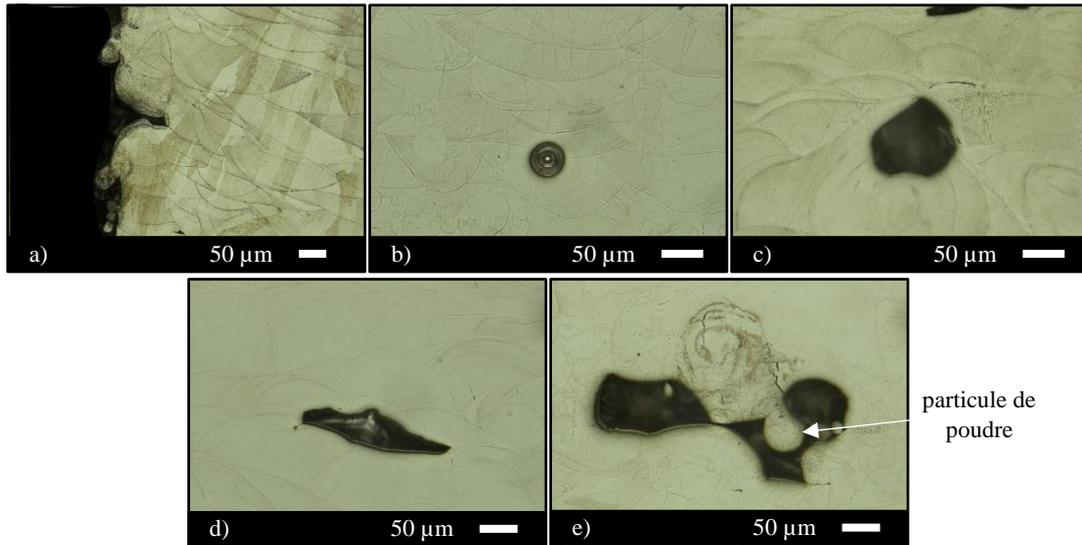


Figure II. 15 : a) Hauteur de découpes sur un échantillon parallélépipédique brut de SLM, b) Superposition des sections des différentes découpes en noir et blanc permettant de révéler les porosités.

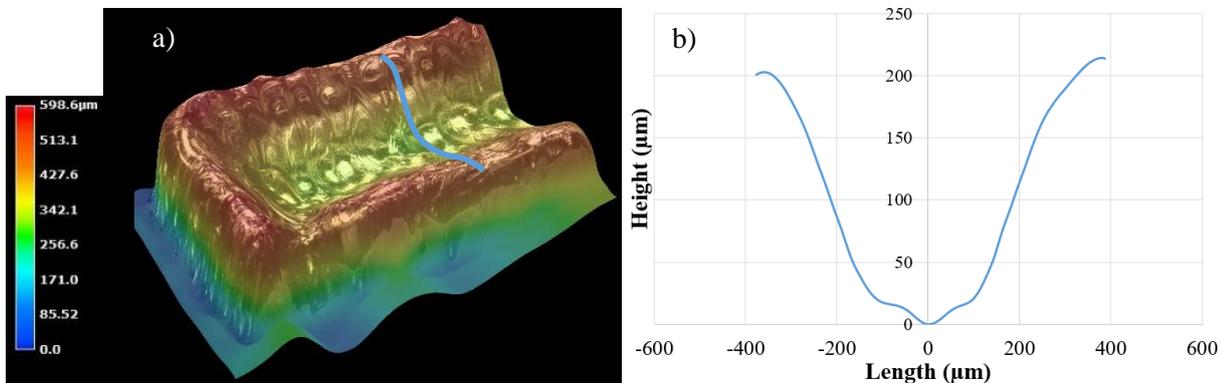
Il apparaît, sur la Figure II. 15b qu'un nombre conséquent de porosités sont situées à une distance d'environ 300 µm de la surface de l'échantillon (rectangle rouge sur la Figure II. 15b). Cette observation

a pu être confirmée par des observations ultérieures sur d'autres échantillons parallélépipédiques. Outre les porosités, la densité surfacique globale a ainsi pu être estimée à  $99.8 \pm 0.1\%$ , indiquant donc un échantillon presque parfaitement dense. La Figure II. 16 présente les différentes porosités qu'il est possible d'observer. La Figure II. 16a présente une porosité dite débouchante associée à la forte rugosité des échantillons produits par SLM. La Figure II. 16b présente une porosité de forme sphérique qui atteste d'un piégeage de gaz durant le procédé SLM. La Figure II. 16c présente une porosité induite par l'effet « keyhole ». Cet effet désigne l'application d'une énergie trop importante lors du lasage qui entraîne la formation de porosité sous le bain de fusion. Les Figure II. 16d et e présentent des porosités de formes irrégulières qui sont issues d'un manque de fusion local. Il est d'ailleurs observé sur la Figure II. 16e une particule de poudre partiellement fondue qui atteste du manque de fusion.



**Figure II. 16 :** Différentes porosités observées dans les échantillons en acier 316L SLM, a) Porosité débouchante, b) Porosités sphérique, c) Porosité induite par l'effet « keyhole », d) et e) Porosités de forme irrégulière.

Il convient à présent de déterminer la cause d'une localisation des porosités à environ  $300 \mu\text{m}$  de la surface. Il a été détaillé en début de chapitre les paramètres de fabrication employés pour réaliser les éprouvettes, et notamment les deux zones de lasages distinctes, la bordure et le cœur. La bordure possède une épaisseur de l'ordre d'une centaine de microns, ce qui ne permet pas de l'associer à la zone préférentielle de formation des porosités située à  $300 \mu\text{m}$  observée sur la Figure II. 15b. Néanmoins, l'observation de la dernière couche lasée par microscopie optique permet de révéler un détail non visible sur les observations précédentes réalisées au MEB.



**Figure II. 17 :** Observation en 3D d'une portion de la dernière couche lasée d'un échantillon parallélépipédique, b) Profils de hauteur à la surface de la dernière couche lasée de la Figure II. 17a.

La Figure II. 17a présente l'observation 3D d'une partie de la dernière couche lasée d'une éprouvette parallélépipédique. La Figure II. 17b présente le profil de hauteur relevé à la surface de la Figure II. 17a (lignes bleue représentées sur la Figure II. 17a).

Il apparaît sur la Figure II. 17a que la dernière couche lasée prend l'aspect d'une cuvette (clairement visible sur le profil de la Figure II. 17b). Cette observation permet d'imager ce à quoi ressemblerait une couche intermédiaire durant la fabrication. La zone de localisation des porosités précédemment révélée située à 300 µm de la surface se juxtaposerait dans le profil avec la fin de la pente et l'entrée dans le fond de la cuvette. La formation des porosités seraient ainsi favorisées par la forme de la cuvette. De fait, comment se fait-il que le lasage couche après couche d'une épaisseur de couche de poudre constante résulte en la formation d'une cuvette ?

Un phénomène de dénudation de la poudre autour du bain de fusion, lors du passage du laser peut apporter un élément de réponse. Ce phénomène a pu être observé par différents auteurs (Matthews et al., 2016; Gunenthiram et al., 2017). Comme spécifié dans le paragraphe consacré à la fabrication des échantillons, le contour est lasé en premier. Cela signifie que la poudre contenue dans la zone formant la section pourrait être affectée par le passage du laser et qu'une partie soit éjectée en dehors. Ainsi, avec une éjection des particules de poudre autour du contour après le lasage de ce dernier, le volume de matière à fusionner dans le cœur est plus faible, la hauteur consolidée en est réduite, donnant lieu après le lasage de  $n$  couches la formation d'une cuvette. Cette forme géométrique pourrait ainsi être le lieu privilégié de formation de porosités dans le cas des éprouvettes parallélépipédiques (ou de traction), expliquant la superposition des porosités observées sur la Figure II. 15 à une distance de 300 µm de la surface.

La méthode par microscopie numérique n'a pas été employée pour estimer la porosité des échantillons après un traitement SMAT car il est attendu une faible variation de la densité après SMAT. Cette faible variation ne peut être observée que via une méthode plus précise, la tomographie X, abordée dans la sous-partie suivante (II.3.3.3).

### II.3.3.2 Par la méthode d'Archimède

Cette seconde méthode permet d'estimer la densité globale d'un échantillon. Pour cela, une série de mesure de masse effectuées à l'air libre puis dans un fluide comme présenté sur la Figure II. 18a permettent de la calculer, en connaissant préalablement la densité du fluide utilisé, avec la formule suivante :

$$\rho_{\text{échantillon}} = \frac{m_{\text{échantillon(Air)}}}{m_{\text{échantillon(Air)}} - m_{\text{échantillon(fluide)}}} * \rho_{\text{fluide}} \quad \text{II. 5}$$

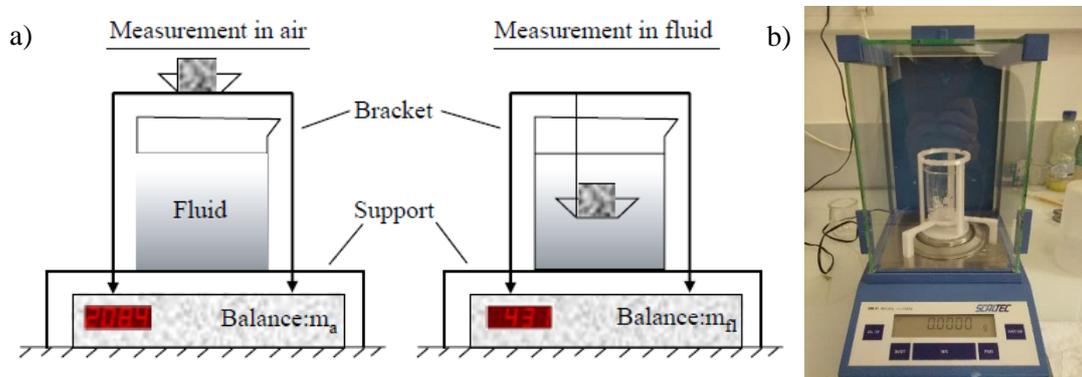


Figure II. 18 : a) Principe de mesure par la méthode d'Archimède (Spierings et al., 2011), b) Dispositif expérimental imprimé en 3D pour la réalisation de cette expérience.

Un dispositif expérimental imprimé en 3D en matière plastique présenté dans l'enceinte de la balance en Figure II. 18b est employé pour cette méthode. Dans le cadre de ces mesures, deux fluides ont été employés, de l'eau distillée ainsi que de l'acétone. L'utilisation de deux fluides est due au fait que la tension de surface n'est pas la même. Dans le cas d'échantillons rugueux, comme cela est le cas pour les échantillons réalisés par FA, il est souvent observé des bulles d'air à la surface de l'échantillon lorsque celui-ci est immergé dans de l'eau distillée, ce qui a pour effet de fausser la mesure, en minimisant la densité. L'acétone, ayant une tension de surface plus faible que l'eau distillée, peut s'infiltrer dans toutes les aspérités à la surface de l'échantillon et éviter ainsi le maintien de bulles d'air à la surface de l'échantillon.

Pour les mesures, seul l'échantillon brut de fabrication a été étudié. Ainsi quatre éprouvettes de traction (voir Figure II. 4) différentes ont été utilisées, chacune a été pesée cinq fois en recommençant le protocole. Après avoir déterminé la densité avec les différentes mesures de masses et la densité du fluide employé, l'estimation du pourcentage de porosité est déterminé par la soustraction entre la densité calculée par l'expérience avec la densité théorique de l'acier. La densité théorique de l'acier 316L utilisé est égale à  $7.99 \text{ g/cm}^3$  (de Terris et al., 2019).

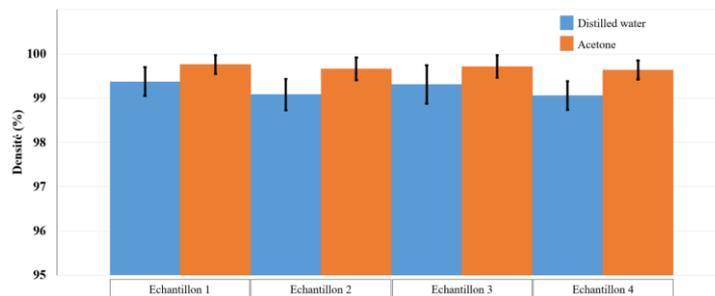


Figure II. 19 : Résultats de densité obtenus pour 4 échantillons bruts de SLM avec deux fluides.

Les résultats, présentés sur la Figure II. 19, indiquent que pour les deux séries de mesures différentes associées à chaque échantillon (à l'eau distillée ou à l'acétone), la densité mesurée est plus faible dans le cas de l'eau distillée.

Comme il a été expliqué précédemment, cela peut être dû à la tension de surface de l'eau qui ne permet pas à celle-ci de s'infiltrer complètement dans tous les creux présents à la surface. La moyenne indique donc une densité de  $99.20 \pm 0.36\%$  pour l'eau distillée et  $99.69 \pm 0.23\%$  pour l'acétone.

Dans les deux cas, les échantillons réalisés par SLM présentent un pourcentage de porosité faible (<1%). L'utilisation d'une méthode d'analyse beaucoup plus précise est donc nécessaire pour étudier en détails la porosité formée durant la fabrication des pièces SLM ainsi que les principaux effets du traitement de surface sur celle-ci.

### II.3.3.3 Par tomographie X

La tomographie X utilise, de la même manière que l'analyse par diffraction, des rayons X. Le but n'est pas de réaliser une diffraction à la surface de l'échantillon, au contraire, l'objectif est de récupérer, via un détecteur, l'intensité du faisceau ayant traversé l'échantillon. Cette intensité va renseigner sur la présence ou non d'un défaut de densification au sein de celui-ci. La Figure II. 20a présente le principe de la mesure. Un faisceau de rayons X est dirigé sur l'échantillon à étudier qui est disposé sur un plateau rotatif, de façon à analyser tout le volume. La même opération est effectuée à une hauteur supérieure pour couvrir toutes les couches de l'échantillon.

Un algorithme est utilisé par la suite pour reconstruire chaque couche analysée en fonction des intensités mesurées. Cette dernière étape finalisée permet d'obtenir une image comme la Figure II. 20b où l'image est indexée sous différents niveaux de gris. Il est possible d'y observer une porosité au centre de l'image, ainsi qu'un défaut de reconstruction se présentant sous forme de cercles concentriques plus ou moins

clairs. Néanmoins, ce dernier point n'est donné qu'à titre informatif, ce défaut numérique n'ayant aucun impact sur la suite des analyses.

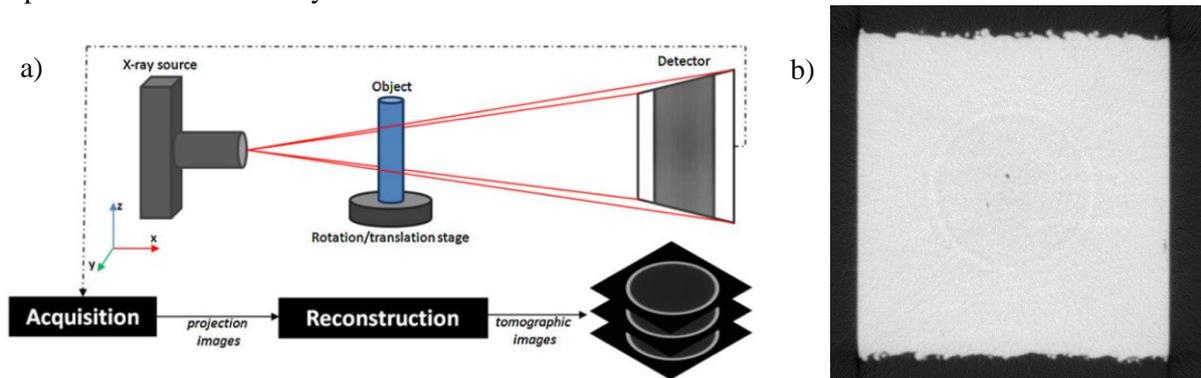


Figure II. 20 : a) Principe de mesure de la tomographie X (Ziolkowski et al., 2014), b) Exemple d'une coupe reconstruite d'un échantillon brut.

Dans le cadre de l'étude par tomographie, il a été décidé d'étudier trois échantillons, un cas brut et deux cas SMATés, à différents niveaux de sévérité de traitement. Ce choix a été motivé par le fait que la porosité est plus susceptible d'être modifiée après un traitement de surface qu'après un traitement de recuit. La zone d'extraction des échantillons a été réalisée sur le côté de la tête supérieure des éprouvettes de fatigue (voir Figure II. 4b). La découpe a été réalisée à l'aide d'une scie à fil et non à disque pour limiter les déformations plastiques induites dans la pièce près de la zone découpée. En effet, il n'est pas à exclure qu'une telle déformation puisse modifier la forme des porosités. Les échantillons étudiés, présentés sur la Figure II. 21, ont été envoyés au laboratoire SIMaP à Grenoble.

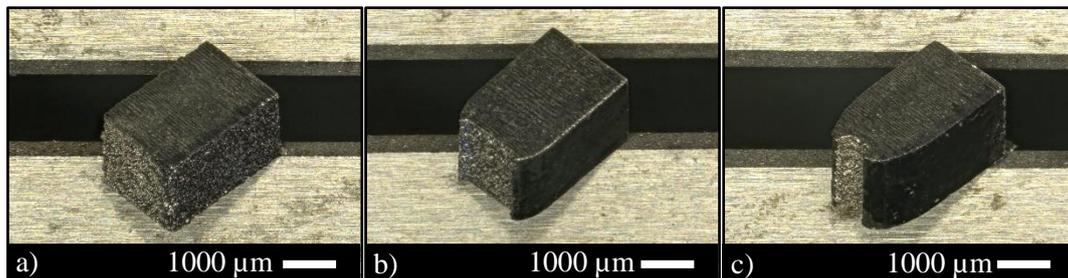


Figure II. 21 : Images au microscope numérique des échantillons utilisés pour la tomographie X a) brut, b) SMAT High, c) SMAT Very High.

Après analyse, le laboratoire a fourni une série de plusieurs centaines d'images, similaires à la Figure II. 20b. C'est à partir de ces images que la reconstruction 3D a été effectuée.

Les étapes de l'analyse sont présentées dans le Tableau II. 5. Chaque image est analysée à l'aide de Matlab pour y extraire les données essentielles, à savoir, le contour de l'échantillon ainsi que celui des porosités. La Figure II. 22 en est un exemple.

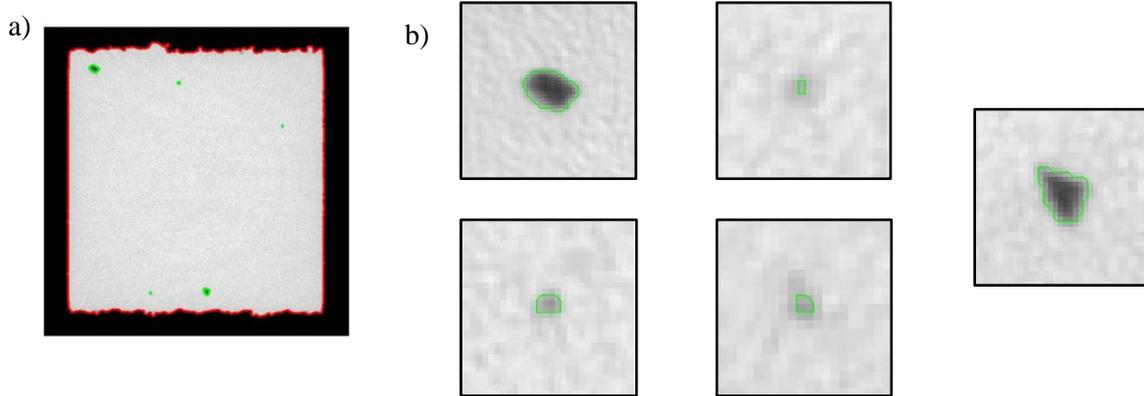


Figure II. 22 : a) Exemple de l'analyse d'une couche, le contour de l'échantillon est surligné en rouge et celui des porosités en vert, b) Agrandissement du contour détecté sur chacune des porosités.

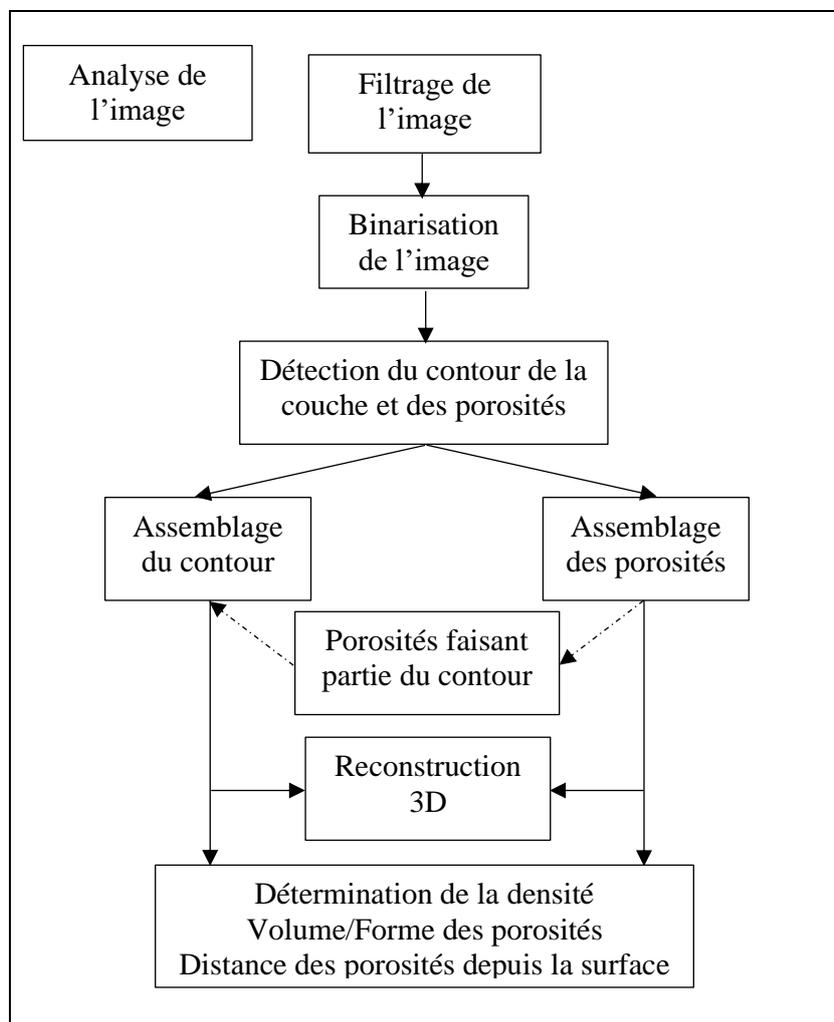


Tableau II. 5 : Etapes d'analyse des images.

Le contour de l'échantillon est surligné en rouge sur la Figure II. 22a tandis que le contour des porosités est surligné en vert. Un agrandissement des porosités sur la Figure II. 22b permet de visualiser avec une plus grande précision le tracé du contour autour de chacune des porosités détectées sur cette coupe.

A la suite de l'analyse de toutes les couches constituant l'échantillon, avant de pouvoir réaliser une reconstruction 3D de celui-ci, il est nécessaire d'assembler les différentes couches constituant chacune

des différentes porosités présentes dans l'échantillon. Cet assemblage permettra d'isoler chaque porosité les unes des autres, et ce, afin de les étudier.

Lorsque l'analyse est terminée, les échantillons peuvent être reconstruits en 3D. La Figure II. 23 présente la reconstruction de deux échantillons, le cas brut et le cas SMAT High. Le contour des échantillons est affiché en transparence, permettant de visualiser les porosités affichées suivant un code couleur correspondant à la valeur de leur volume. La densité calculée de chacun de ces échantillons est établie à 99.86% et 99.75% pour le cas brut et SMATé High respectivement. Au vu des images 3D présentées, cela peut paraître étrange d'obtenir une si faible valeur de porosité. Bien que les porosités, colorées suivant la taille de leurs volumes peuvent laisser suggérer qu'elles prennent un volume non négligeable dans l'échantillon, cela n'est qu'un effet de la représentation et peut induire en erreur.

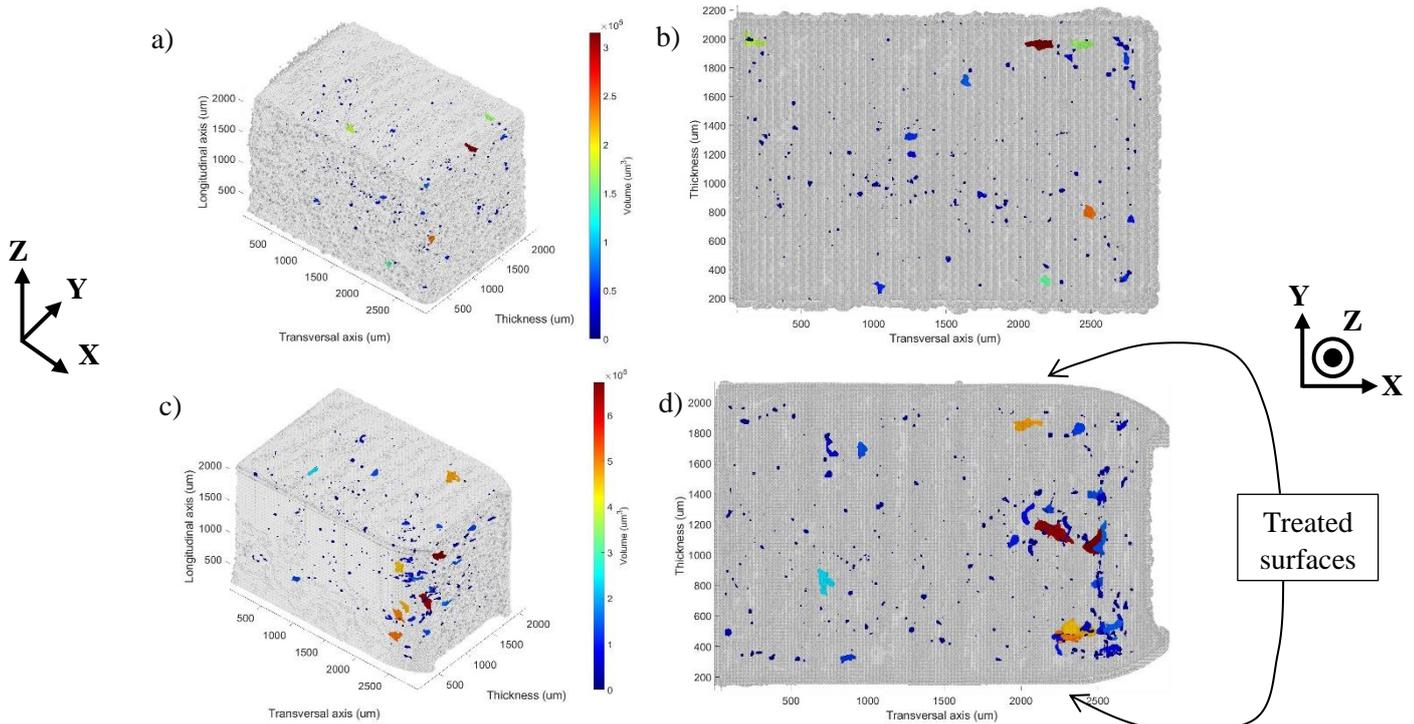


Figure II. 23 : Représentation 3D des échantillons de la Figure II. 21, a) brut, b) brut suivant le plan XY, c) SMAT High, d) SMAT High suivant le plan XY.

Après avoir reconstruit les échantillons, l'analyse de la porosité est essentielle. Seule l'étude des porosités dans le cas brut est abordée, étant donné que les résultats dans les deux autres cas sont similaires.

Tout d'abord, de quelle manière la porosité se présente-t-elle ? La Figure II. 24a présente la distribution de la porosité suivant le volume. Il apparaît qu'un très grand nombre de porosités, la majorité, soit de volume très faible ( $< 0.25 \mu\text{m}^3$ ). Seules quelques porosités présentent un volume non négligeable. La courbe du volume cumulé permet de rendre compte de cette conclusion. En effet, sur la totalité du volume comptabilisé, 50% de ce volume est atteint par l'accumulation du volume des porosités les moins volumineuses.

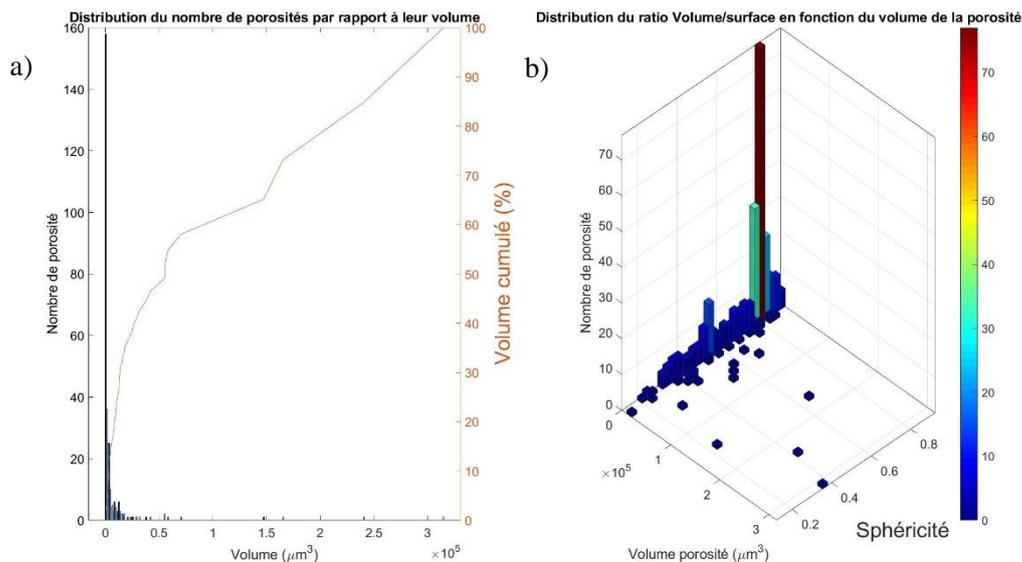
En plus de leur volume, un paramètre important des porosités à déterminer est leur forme. Pour ce faire, la définition d'un critère permet de la quantifier. Initialement défini par (Wadell, 1933), le critère de sphéricité correspond au ratio entre la surface d'une sphère, dont le volume correspond à celui de la porosité étudiée, et la surface de cette même porosité.

$$\text{Sphéricité} = \frac{S_{\text{Sphère}}}{S_{\text{Porosité}}} = \frac{\sqrt[3]{36 * \pi * V_{\text{Porosité}}}}{S_{\text{Porosité}}}$$

Ce ratio est maximal dans le cas d'une sphère, prenant la valeur 1. La Figure II. 24b présente cette distribution. Un nombre conséquent de porosités de faible volume possède ainsi une valeur de sphéricité de l'ordre de 0.8. Les autres porosités, en particulier celles possédant un volume important ont une valeur de sphéricité plus faible.

La conclusion à tirer de ce graphe est que moins les porosités sont volumineuses, plus leur forme se rapproche globalement de celle d'une sphère. La forme de sphère, dans le cas d'une porosité n'est pas anodine, elle est révélatrice du mécanisme de formation de la porosité. Les pores sphériques sont la conséquence de l'emprisonnement de gaz durant le lasage et du fait qu'il n'ait pas eu le temps de s'échapper durant le refroidissement. Le gaz se répartit de manière naturelle sous forme de sphère, cela étant dû au fait que cette forme géométrique correspond à celle demandant le moins d'énergie pour se former (ratio le plus faible entre son volume et sa surface).

Les porosités plus volumineuses, ayant une valeur de sphéricité inférieure à 0.8, s'écartent donc de la forme sphérique. La formation de ces porosités peut provenir d'un défaut de fusion (autre que l'emprisonnement de gaz), notamment à des particules de poudre non fondues. Il a été observé précédemment sur la surface de la dernière couche lasée sur la Figure II. 7b la présence de particules de poudre partiellement fondues. Ces particules peuvent gêner l'étalement de la nouvelle couche de poudre à laser, et donc, sa bonne densification en vue d'une bonne fusion. Ces particules sont donc potentiellement responsables de la formation des porosités les plus volumineuses.



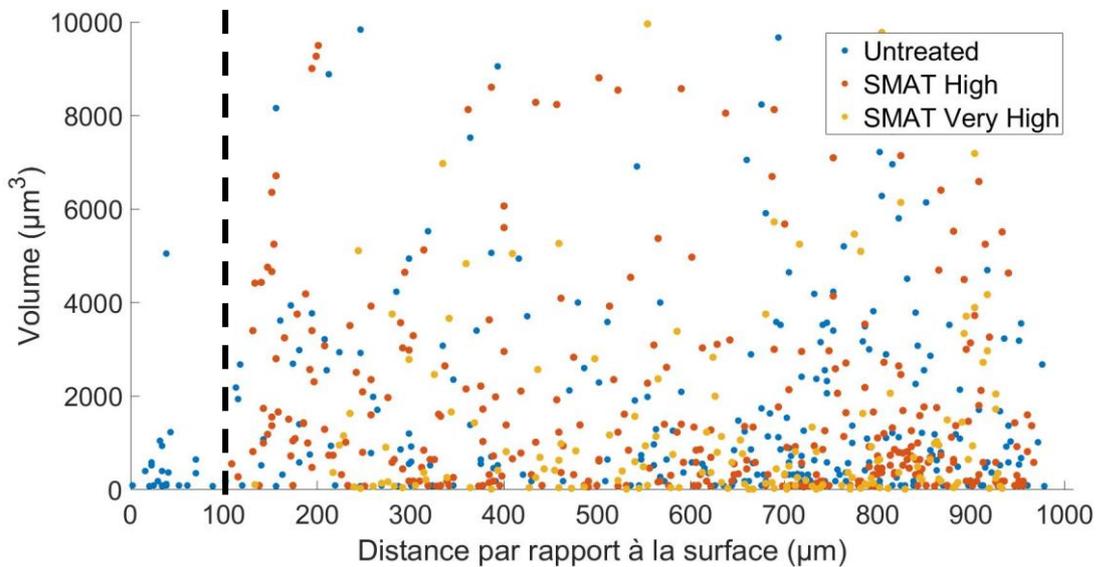
**Figure II. 24 : a) Distribution de la porosité en fonction du volume ainsi que la courbe du volume cumulé, b) Distribution des porosités en fonction de leur volume et de leur sphéricité.**

Outre la taille et la forme des porosités, un paramètre important à étudier après le post-traitement de surface réalisé est la distance des porosités par rapport à la surface (traitée ou non, suivant le cas étudié).

La Figure II. 25 présente cette distribution. Ayant pu discerner et localiser chacune des porosités, leur centre géométrique est calculé puis la distance entre ce centre et l'une des deux surfaces la plus proche est relevée (d'où le fait que le graphe possède un axe des abscisses allant jusqu'à une demie épaisseur de l'échantillon, soit 1 mm). Après avoir intégré les distributions des cas brut, SMATé High et SMATé Very High sur le même graphe, outre le fait que les porosités soient dans les deux cas situées dans toute l'épaisseur des échantillons, les porosités en surface se discernent pour le cas brut.

En effet, les résultats montrent que dans les cas SMATés, au contraire du cas brut, aucune porosité n'est détectée dans les 100 premiers μm proches de la surface. Cette absence de porosité dans la zone proche

de la surface peut être attribuée au traitement SMAT appliqué aux deux faces de l'éprouvette de fatigue. Les porosités, proches de la surface dans le cas brut peuvent ainsi être refermées durant la déformation plastique. Cette densification en sous-couche pourra s'avérer importante à prendre en compte dans le cadre de la réponse des échantillons aux sollicitations mécaniques. En effet, chaque porosité constitue une zone de concentration de contraintes plus ou moins critiques suivant sa taille, sa localisation et le type de sollicitation auquel l'échantillon est soumis.



**Figure II. 25 : Distribution du volume de chaque porosités détectées par rapport à leur distance de la surface pour le cas brut, SMAT High et SMAT Very High des échantillons de la Figure II. 21.**

L'étude de la porosité, au travers de ces trois méthodes différentes, permet d'acquérir des informations sur le taux de porosité de nos échantillons ainsi que l'effet du post-traitement SMAT. Ainsi, la méthode de fabrication employée, avec les différents paramètres de fabrication utilisés, permet d'obtenir des échantillons possédant une porosité quasi-nulle (<1%).

Les deux premières méthodes ont permis de renseigner le taux de porosité à titre informatif car, comme il a été vu, ces méthodes sont plus appropriées pour étudier des échantillons avec un taux de porosité minimal (de l'ordre de plusieurs pourcents). La dernière méthode a permis d'une part de représenter ces défauts internes, tout en expliquant leur origine la plus plausible.

D'autre part, il a été montré que le traitement SMAT a une influence en sous-couche de l'échantillon, en refermant les porosités initialement présentes, ce qui est une conclusion importante à prendre en compte pour la suite de l'étude.

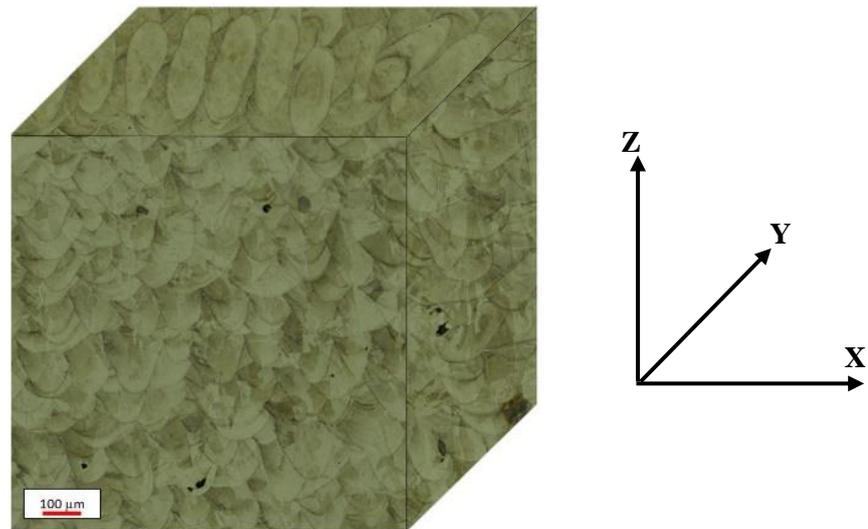
Néanmoins, il convient de revenir sur un point. La taille de l'échantillon utilisée pour l'étude par tomographie X peut sembler faible et donc non représentative de la porosité globale de l'échantillon. Il est vrai que le volume étudié est d'environ 10 mm<sup>3</sup>, alors qu'une éprouvette de fatigue a un volume d'environ 5000 mm<sup>3</sup>. Le volume de l'échantillon étudié représente donc 0.2% du volume total de l'éprouvette. Néanmoins, l'effet du SMAT sur la répartition des porosités est patent.

## II.4 Etude de la microstructure

### II.4.1 Par Microscopie numérique

La Figure II. 26 présente la microstructure observée par microscopie numérique selon trois plans perpendiculaires d'une éprouvette de traction. La méthode de fabrication particulière qu'est la fabrication additive laisse observer non pas des grains mais la trace des bains de fusion. Ainsi sur les

plans XZ et YZ, les bains de fusion sont sous formes d'arc de cercle alors que dans le plan XY, les bains de fusion sont de formes elliptiques, comme sur la Figure II. 5b.



**Figure II. 26 : Cube 3D présentant la microstructure observée par microscopie numérique selon les trois plans d'une éprouvette de traction.**

Pour comprendre plus en détails de quelle manière cette microstructure se forme, il convient d'observer la différence de microstructure entre les deux zones de fabrication (voir Figure II. 5). Ainsi les Figure II. 27a, b présentent la microstructure observée suivant les plans XZ, YZ à la jonction entre les deux différentes parties lasées : le contour et le cœur.

Les plans XZ et YZ présentent des microstructures semblables, ceci étant dû aux rotations successives des couches lasées permettant d'homogénéiser la microstructure. Les deux zones de lasage sont ici clairement distinctes. En effet, dans le cas du lasage du contour, il est observé une répétition de la microstructure le long de l'axe de fabrication. Au contraire, dans la zone correspondant au cœur, celle-ci est caractérisée par des bains de fusion sans réel agencement. La raison provient de la méthode de lasage.

Comme il a été décrit dans le paragraphe II.1.2.2 consacré à la fabrication des éprouvettes, le contour est lasé d'une manière unique, et ce, à chaque couche. Au contraire, pour le cœur, le trajet du laser est tourné d'un angle de  $67^\circ$  par rapport au lasage de la couche précédente. Cette différence explique pourquoi le cœur est caractérisé par des bains de fusion se chevauchant sans ordre particulier alors que le contour traduit une solidification régulière à chaque couche. De plus, l'épaisseur de chacun des bains de fusion observée dans cette couche se rapproche de l'ordre de  $50 \mu\text{m}$ , correspondant à l'épaisseur du lit de poudre employé.

L'étude de la microstructure de l'acier dans la zone correspondant au contour permet donc d'évaluer de quelle façon la matière fondue se solidifie lors du passage du laser, et ce, sans autre interaction. Les Figure II. 27c et d correspondent à un agrandissement des précédentes images.

Il est généralement constaté, à l'intérieur des bains de fusion, que la microstructure cellulaire présente une croissance dirigée dans la direction de fabrication, en outre, cette affirmation sera confirmée plus clairement lors d'observations au MEB effectuées par la suite. Il est également observé au sein de certains bains de fusion une modification brutale de la direction de croissance de la microstructure. Cette modification est schématisée sur les Figure II. 27c et d par des pointillés bleus représentant le bain de fusion avec, à l'intérieur, une zone en pointillés rouges désignant la microstructure différente. Cette différence de microstructure est due à la refusion de cette même zone opérée par le lasage de la couche supérieure.

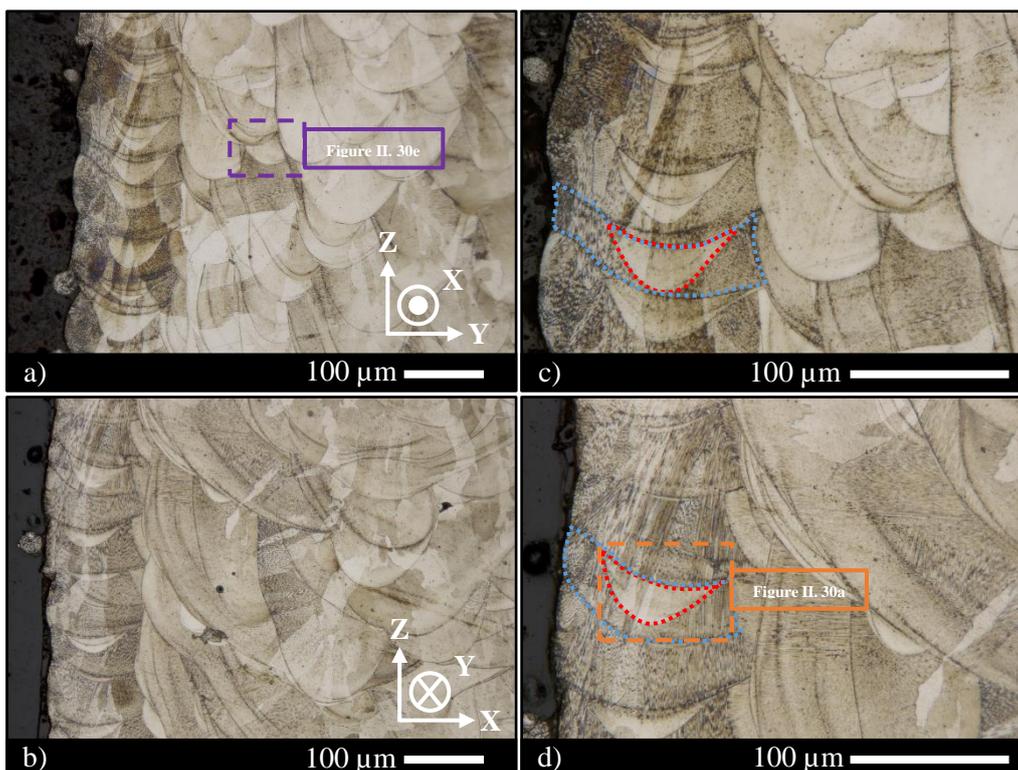
En effet, lorsque la couche supérieure est lasée, l'énergie apportée par le laser n'est pas utilisée uniquement pour fusionner la couche de poudre précédemment déposée, mais le laser interagit également avec la couche précédente. C'est cette double interaction entre ces couches qui permet notamment une bonne consolidation, et d'éviter que des pores se forment entre les couches.

De fait, la microstructure initialement formée est modifiée. Cette nouvelle microstructure est d'autant plus accentuée dans la zone du cœur car, en plus de la rotation de  $67^\circ$  du trajet du laser à chaque couche, l'énergie employée y est plus importante que dans la zone du cœur, ce qui augmente la zone d'interaction du laser et donc la matière y subissant une refusion.

A partir de ces observations, pourquoi les bains de fusion dans la zone du contour ne sont donc pas parfaitement similaires étant donné que la stratégie de lasage est la même à chaque couche ?

Dans le cas de la fabrication additive, la croissance des grains va être contrainte par les forts gradients thermiques y opérant. Ces gradients thermiques sont notamment dirigés à la perpendiculaire du bain de fusion, d'où la structure allongée dans la direction de fabrication.

Néanmoins, la croissance n'est pas conditionnée par ces seuls gradients thermiques, comme présenté dans la section I.2.3.2 du premier chapitre. L'effet Marangoni ainsi que la direction de croissance naturelle des grains jouent un rôle dans la direction de solidification. Ainsi, une compétition s'opère entre ces phénomènes, modifiant donc la direction de croissance des grains.

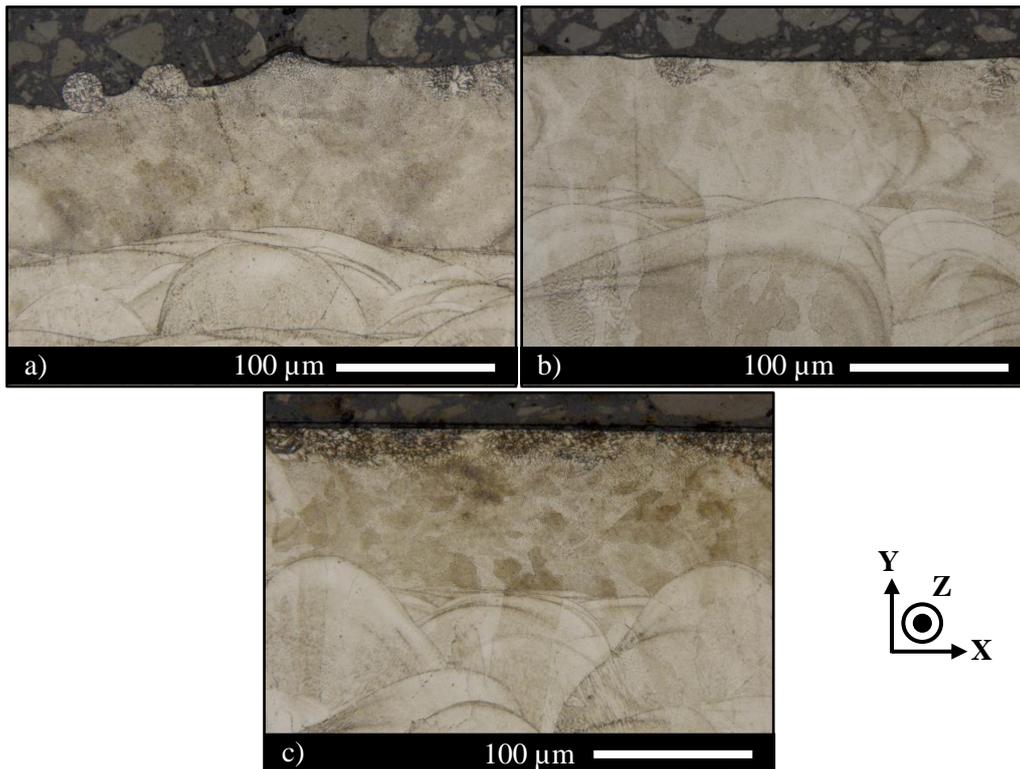


**Figure II. 27 :** Image au microscope numérique du plan a) XZ, b) YZ, c) et d) étant respectivement un agrandissement des précédentes images.

Les Figure II. 28a, b et c présentent les microstructures obtenues dans le cas brut, SMAT Low et SMAT High respectivement. La microstructure, dans cette configuration n'est plus observée suivant le long de l'axe de fabrication mais directement dans la section et présente donc une microstructure sous forme de cellules (bien que cela ne soit pas facilement discernable sur les images).

Le traitement SMAT, quel que soit le niveau de sévérité employé, ne modifie pas sensiblement la microstructure. Le cas brut (Figure II. 28a) présente en extrême surface les particules de poudres

partiellement fondues solidifiées à la surface comme cela a été observé précédemment, voir Figure II. 8a. Ainsi différents stades d'intégration de ces particules de poudre peuvent être observés, avec des particules tout juste solidifiées à la surface allant jusqu'à des particules entièrement intégrées au massif. La microstructure de ces particules se différencie de celle de l'échantillon global. En effet, ces particules, partiellement intégrées ou non à la surface, présentent une microstructure plus grossière que l'échantillon. Cela traduit le fait qu'elles n'ont pas atteint un état de fusion suffisant pour générer une nouvelle microstructure. Après le traitement SMAT, ces particules de poudre sont toujours visibles. L'observation par microscopie numérique n'offre pas une résolution suffisante pour observer un changement significatif. Des observations par MEB et TEM seront nécessaires pour le détecter.



**Figure II. 28 : Images au microscope numérique de la section (plan XY) des cas a) brut, b) SMAT Low, c) SMAT High.**

L'utilisation d'un post-traitement thermique a un effet plus général sur la microstructure, contrairement au SMAT dont les conséquences sont observées en surface/sous couche. La Figure II. 29 présente une microstructure globale observée dans la section des échantillons recuits. L'attaque chimique opérée pour révéler la microstructure a été réalisée sur tous les échantillons en même temps. En effet, ceux-ci ont été placés dans un seul et même plot. Ainsi, le temps d'attaque a été le même pour chacun d'entre eux. La différence de microstructure observée est donc bien une différence microstructurale et non une différence due au procédé d'attaque chimique qui peut se révéler délicat.

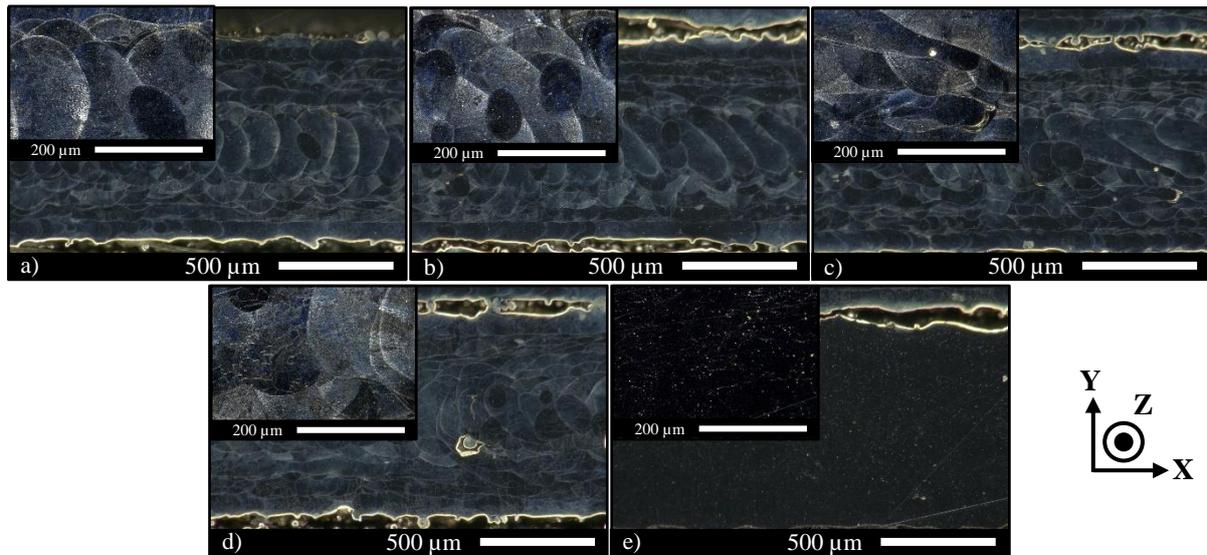


Figure II. 29 : Images en microscopie numérique de la microstructure d'échantillons en acier 316L a) Non recuit, et recuits durant 1 heure à b) 400°C, c) 600°C, d) 800°C, e) 1000°C.

Plus la température de recuit est élevée, moins la microstructure est discernable. Cette observation sera attestée par des observations au MEB effectuées par la suite.

#### II.4.2 Par Microscopie Electronique à Balayage

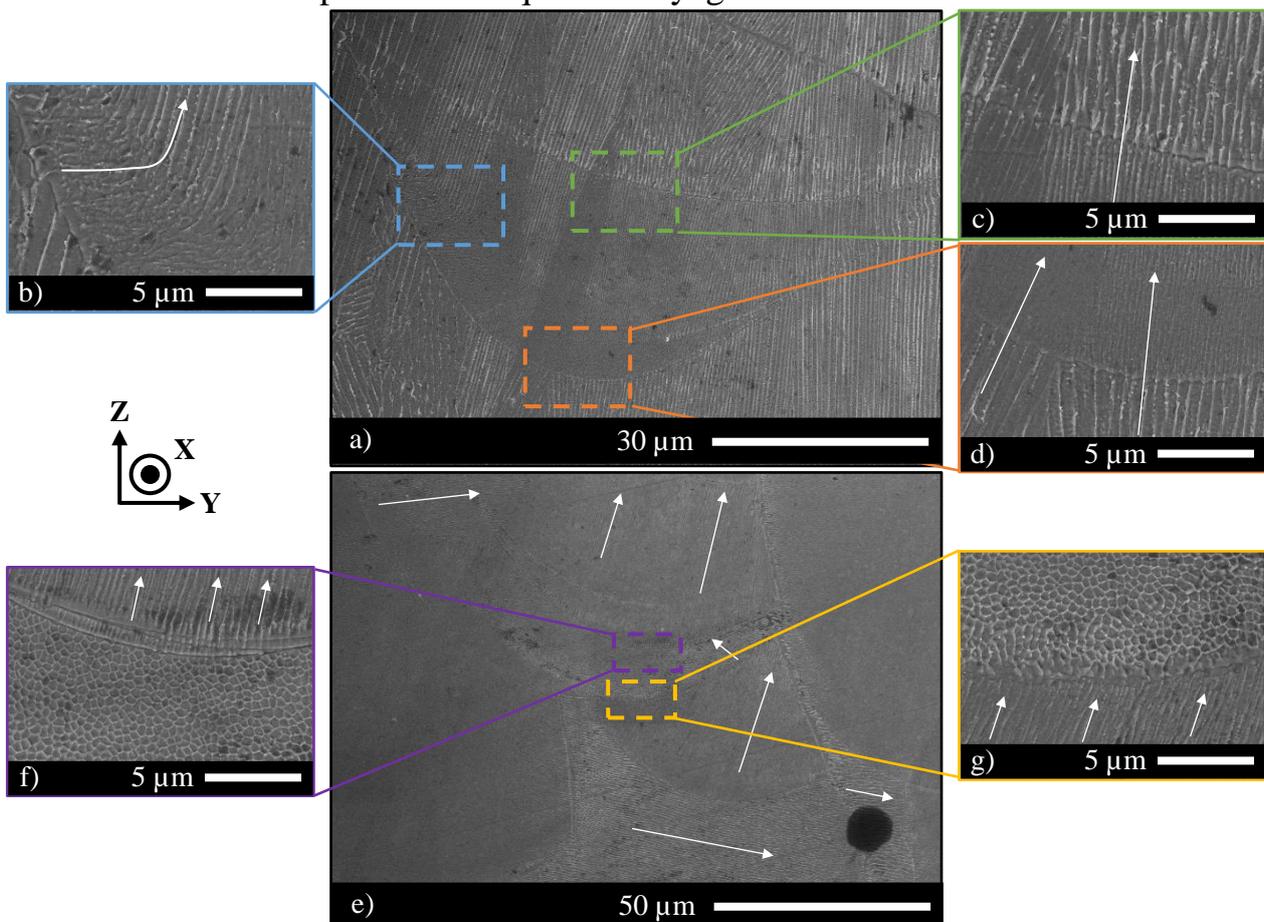


Figure II. 30 : a) Image MEB de la microstructure traversant le bain de fusion encadré dans la Figure II. 27d, e) Image MEB de la microstructure cellulaire dans la zone encadrée dans la Figure II. 27e (Les flèches blanches symbolisent la direction de croissance de la microstructure cellulaire).

L'utilisation du MEB pour observer la même microstructure que sur la Figure II. 27 permet de mieux comprendre comment celle-ci se forme et évolue en fonction du lasage. Lorsqu'une observation par microscopie numérique laissait présager une morphologie tout autre pour la microstructure dans le bain de fusion de la zone du contour, l'observation par MEB indique le contraire. La Figure II. 30a présente une image MEB d'un bain de fusion précédemment détaillé dans la Figure II. 27d dans laquelle la microstructure interne n'était pas clairement identifiée. Ainsi, il apparaît que la microstructure cellulaire est plus fine dans ce bain de fusion, sans changer de direction de croissance. En effet, les Figure II. 30b, c et d permettent d'observer la taille ainsi que l'orientation de la microstructure dans le bain.

Comme évoqué plus haut, la direction de croissance de la microstructure est dépendante d'un certain nombre de paramètres et la Figure II. 30b atteste de la complexité de l'interaction entre ceux-ci. Il apparaît sur la Figure II. 30b que la direction de croissance initialement horizontale change brutalement de sens pour être axée à la perpendiculaire de la frontière du bain de fusion. Les Figure II. 30c et d permettent d'observer la microstructure cellulaire à la jonction de l'entrée et de la sortie du bain de fusion. La direction de croissance n'est pas modifiée, seule la taille de la microstructure est modifiée, en devenant plus fine dans le bain de fusion à cause de la refusion opérée par la lasage de la couche supérieure.

Une observation MEB dans le cœur de l'échantillon permet de constater que la refusion constante couche après couche durant le lasage ne permet pas d'obtenir une direction de croissance de la structure cellulaire homogène. La Figure II. 30e présente une observation MEB de la zone encadrée sur la Figure II. 27a. Il apparaît des directions de croissance dirigées aléatoirement. Ce changement de sens perpétuel se fait de manière brutale, sans zone de transition. Les Figure II. 30f et g présentent une microstructure cellulaire dont la direction de croissance fluctue entre l'axe X et l'axe Z. La zone du contour est ainsi marquée par une microstructure régulière, au contraire du cœur dans lequel l'évolution de la direction de croissance de celle-ci est aléatoire du fait de la constante refusion s'y opérant. Comme présentée précédemment sur la Figure II. 29, la microstructure est affectée par l'élévation progressive de la température de recuit.

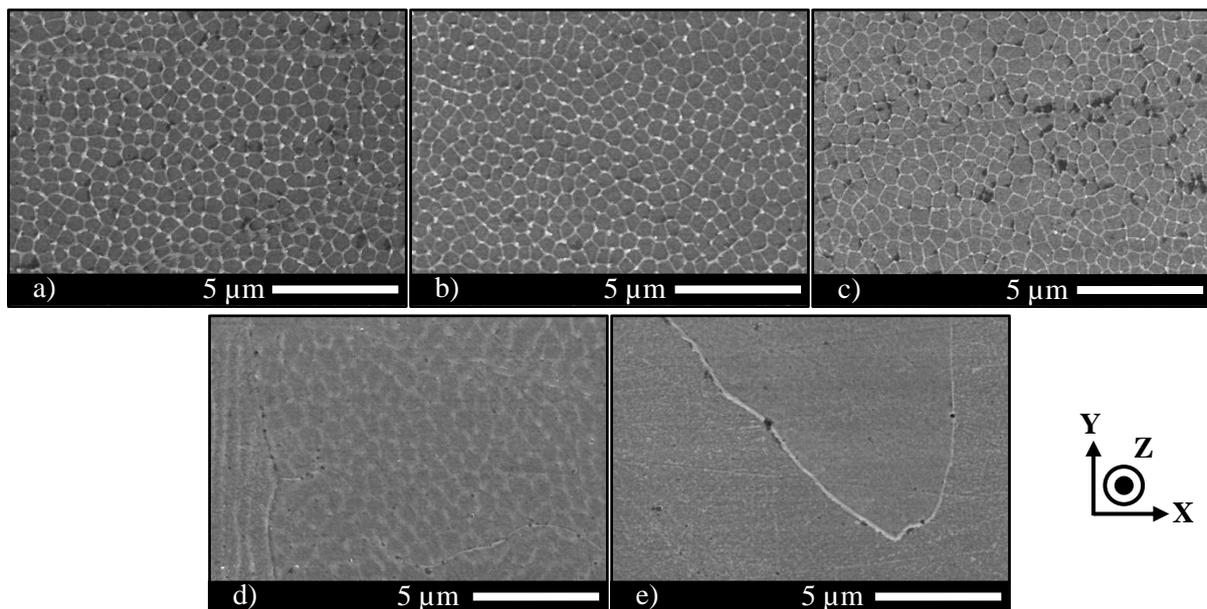


Figure II. 31 : Images MEB de la microstructure d'échantillons en acier 316L recuits durant 1 heure à a) 20°C, b) 400°C, c) 600°C, d) 800°C, e) 1000°C.

La Figure II. 31 présente les images MEB obtenues dans la section de ces mêmes échantillons. La microstructure cellulaire initialement présente après fabrication reste stable jusqu'à 600°C (Figure II. 31a-c). Au-delà de cette température, la structure cellulaire est affectée et celle-ci se résorbe dans

l'échantillon. A 800°C, sur la Figure II. 31d, elle est encore visible bien qu'elle se soit considérablement atténuée et à 1000°C, elle n'est plus discernable sur la Figure II. 31e. La disparition de cette structure cellulaire, qui est la particularité des échantillons réalisés par fabrication additive, aura un impact considérable sur les propriétés mécaniques de ces pièces.

### II.4.3 Par EBSD

Dans le cas de l'analyse EBSD, trois cas seulement seront détaillés, à savoir, le cas brut, le cas SMATé et pour finir le cas SMATé puis recuit à 1000°C. Ce choix sera expliqué par la suite dans cette sous-partie. La Figure II. 32 présente les images EBSD obtenues pour un échantillon brut en acier 316L SLM suivant les plans YZ et XY, correspondant respectivement au plan transverse et à la section de l'échantillon.

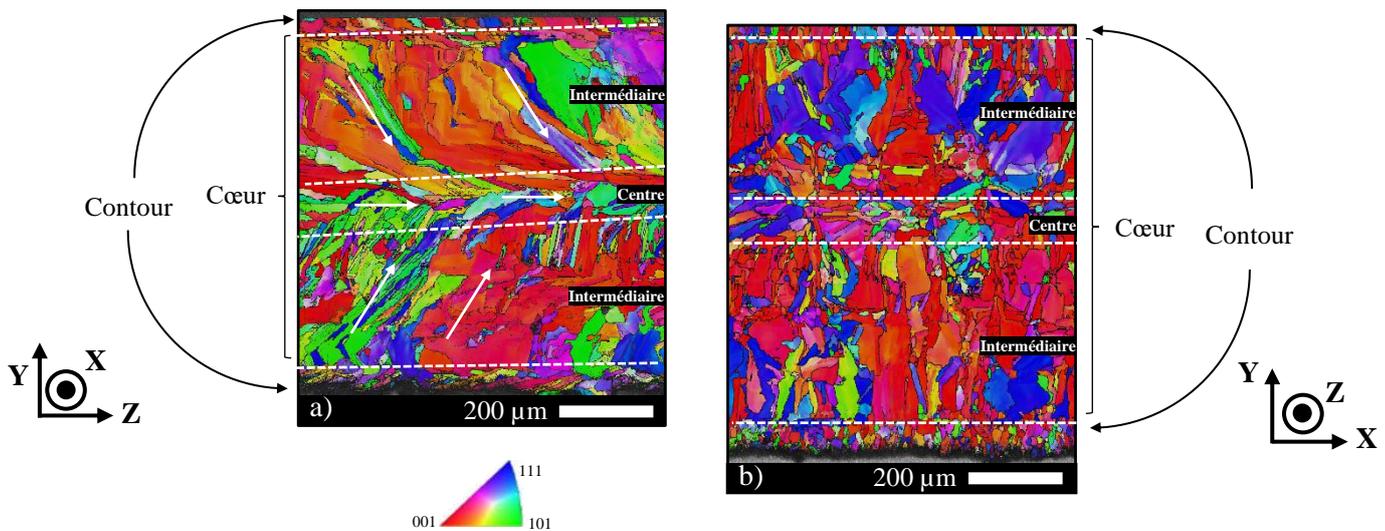


Figure II. 32 : Image EBSD d'un échantillon brut dans le plan a) YZ (Transverse), b) XY (Section).

La première observation est que la microstructure est complètement différente d'un plan à l'autre. Cette conséquence a été plusieurs fois observée lors d'une conception par fabrication additive conférant aux matériaux des propriétés anisotropes dues à la différence de forme et de taille des grains suivant les axes. L'étude de la microstructure suivant ces deux plans montre l'existence de trois zones distinctes.

Ainsi, pour simplifier l'analyse, la Figure II. 33 présente un schéma idéalisé de la microstructure obtenue par SLM sur un acier 316L suivant ces deux mêmes plans avec la stratégie de lasage de notre étude. Ces trois zones sont le contour (coloré en vert) suivi du cœur, décomposé en deux zones, le centre (orange), et la zone intermédiaire (bleue, compris entre la zone du centre et du contour).

Le contour des échantillons est caractérisé par des grains fins allongés dans la direction de fabrication (axe Z). Suivant la section, ces grains ne présentent pas de direction préférentielle de croissance et l'épaisseur de cette zone est évaluée à 70 µm. Il a été vu précédemment à la Figure II. 5 que l'observation par microscopie numérique permettait d'identifier le contour sur une épaisseur de 100 µm. Cette différence d'une trentaine de microns provient de la refusion opérée lors du lasage du cœur (le cœur étant lasé après le contour). En effet le passage du laser est visible à 100 µm mais la zone proche de ce lasage a été affectée et donc a été refusionnée.

Concernant les grains observés dans le cœur, ceux-ci possèdent des tailles bien supérieures à ceux du contour. La raison est due à la refusion s'opérant dans cette zone. En effet, l'énergie employée y est plus importante, ajoutée à cela la rotation du trajet du lasage effectué à chaque couche, ce qui réactive la croissance des grains. La distinction de la zone du cœur en deux zones (intermédiaire et centre) provient

de la différence de direction de croissance. En effet, dans la zone intermédiaire, les grains observés dans le plan YZ sont alignés à 45° par rapport à ceux du centre présentant une croissance alignée le long de l'axe Z. Cette différence peut s'expliquer en étendant le modèle de croissance au sein d'un bain de fusion à une échelle supérieure. Il a été vu dans la bibliographie que dans un bain de fusion, la croissance était dirigée suivant la direction du plus fort gradient thermique, et donc perpendiculairement aux bords du bain de fusion. Dans le cas du lasage d'une couche entière, le principe est le même. La partie la plus chaude va être celle la plus éloignée des bords, à savoir le centre même du cœur de l'éprouvette. Ainsi, les grains se formant dans l'axe du centre du cœur (axe Z) vont croître parfaitement à la verticale alors que ceux se formant dans la zone intermédiaire vont voir la direction de leur flux thermique maximum inclinée. Cette inclinaison va fixer la partie la plus chaude de la couche en train de solidifier d'un angle de 45° par rapport à l'axe du centre de l'échantillon.

Cette inclinaison explique également la plus grande taille des grains dans la zone intermédiaire par rapport à ceux dans la zone du centre dans le plan XY. En effet, en prenant deux grains, un aligné le long de l'axe Z et un autre incliné de 45° par rapport à ce même axe, de taille et forme similaires, lorsque la coupe est réalisée, ils ne présenteront pas une section équivalente. En étant incliné, la section présentée est plus importante que si le grain avait été découpé en étant aligné le long de l'axe Z.

Toutes les observations des grains suivant les plans YZ et XY sont rassemblées dans le Tableau II. 6.

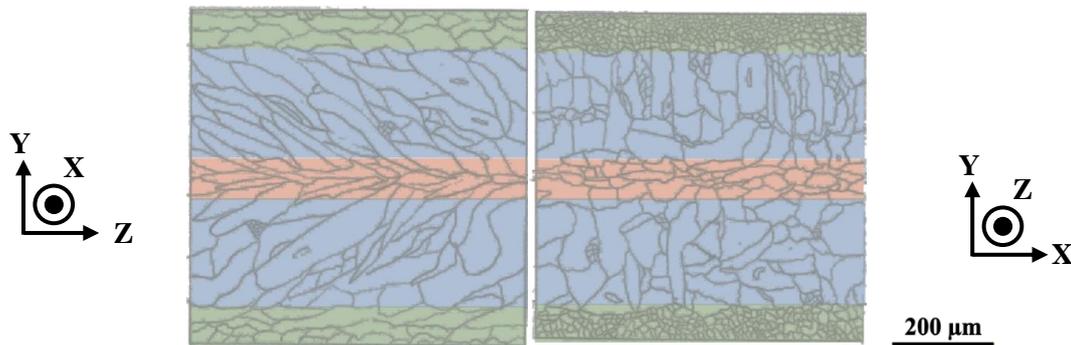


Figure II. 33 : Schéma idéalisé de la microstructure d'un acier 316L réalisé par SLM suivant deux orientations (gauche : transversale, droite : section).

	XY - Section	YZ - Transverse
Zone verte – Contour	Cette zone est caractérisée par des grains fins et présente une épaisseur proche de 70 µm	Grains fins allongés le long de l'axe de fabrication
Zone bleue – Cœur (Intermédiaire)	Cette zone est composée de grains plus gros ayant leur plus grande longueur suivant l'axe Y, des grains plus fins se juxtaposent entre les gros grains de manière hétérogène	Cette zone est caractérisée par des grains allongés à 45° (ou - 45°) par rapport à l'axe de fabrication Z au centre de l'échantillon
Zone orange – Cœur (Centre)	Cette zone étroite présente des grains plus fins que dans la zone intermédiaire et ceux-ci sont orientés suivant l'axe X	Dans cette zone également étroite sont observables des grains parfaitement alignés dans la direction de fabrication

Tableau II. 6 : Description des différentes zones présentées sur la Figure II. 33.

À présent que la microstructure initiale de l'acier 316L SLM a été décrite, les prochaines observations visent à présenter les modifications apportées à la microstructure après un traitement SMAT ainsi qu'un traitement SMAT puis recuit à 1000°C.

La Figure II. 34 présente la microstructure EBSD d'un échantillon ayant été traité par SMAT. Au premier abord, la microstructure ne semble pas avoir été modifiée par le post-traitement. Il apparaît que l'indexation EBSD n'est pu être complétée à l'extrême surface des deux figures. En effet, cette absence d'indexation se traduit par une zone sombre dans l'échantillon dans laquelle les grains ne peuvent pas être discernés du fait de leurs fortes déformations plastiques. Les agrandissements locaux disposés de chaque côté des figures principales sont donc essentiels pour tenter de déterminer l'impact du SMAT sur la microstructure.

En étudiant ces agrandissements, la première observation sur les grains permet de constater que le traitement SMAT n'a pas changé de manière significative la taille et la forme des grains. Le réel impact du SMAT se situe à l'intérieur des grains proches de la surface. La déformation plastique engendrée par le post-traitement se traduit par la formation de macles de déformation (à différencier des macles de recuit introduites dans le paragraphe suivant). Ces macles sont identifiables à l'intérieur des grains par des bandes noires parallèles. Ces mêmes macles sont, comme il a été vu dans la bibliographie, l'un des mécanismes de nanocristallisation possible. Il est à noter, de manière évidente, que la densité de macles observée décroît avec l'épaisseur depuis la surface traitée. Des zones non indexées sur ces agrandissements locaux témoignent de la très forte déformation plastique subie. De plus, les macles ne sont pas observées dans tous les grains, les bandes de glissement étant le mécanisme principal de déformation. Cette faible proportion de maclage peut s'expliquer par la microstructure atypique de l'acier 316L SLM (cellules de dislocation) qui inhibe la formation de macles (Y. M. Wang et al., 2018; Hong et al., 2019) comme cela avait été soulevé lors de l'analyse par diffraction des rayons X.

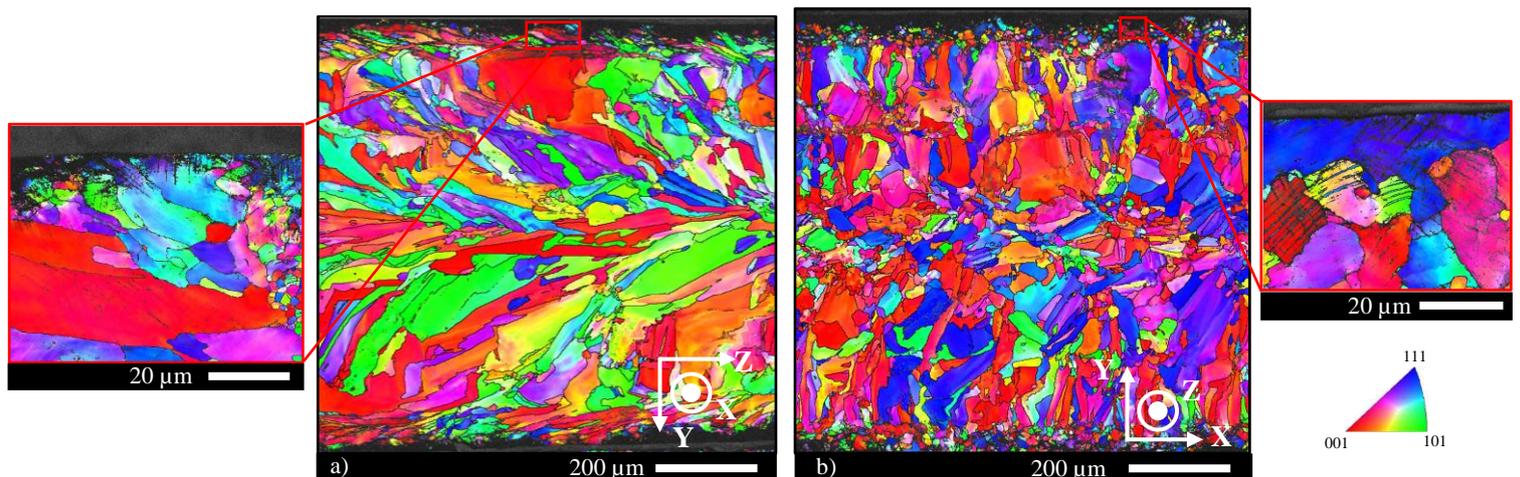


Figure II. 34 : Image EBSD d'un échantillon SMATé dans le plan a) YZ (Transverse), b) XY (Section). Chaque image disposée à côté des principales correspond à un agrandissement du bord.

Le second post-traitement employé est un post-traitement thermique de type recuit à l'air durant 1 heure. Seule la condition SMATé puis recuit à 1000°C sera étudiée par la suite car c'est seulement pour ces conditions de traitement que la microstructure de l'acier 316L SLM est modifiée significativement.

La Figure II. 35 présente la microstructure obtenue par EBSD de l'acier 316L SLM ayant subi un traitement SMAT suivi d'un traitement de recuit à 1000°C. De la même manière que les observations précédentes pour le cas simplement SMATé, la microstructure au centre de l'échantillon n'apparaît que peu modifiée par rapport au cas brut avec ce double traitement. De plus, contrairement au cas SMATé, le bord de l'échantillon est complètement indexé, ce qui signifie que la déformation plastique induite y est moins importante qu'avec un traitement SMAT seul. Ainsi, il apparaît que le traitement de recuit à 1000 °C opéré après le SMAT a permis d'accommoder la déformation plastique engendrée par le SMAT.

De plus, les grains observés en sous-couche présentent un aspect singulièrement différent de ceux observés dans le cas brut. En effet, cette différence est particulièrement visible dans le plan YZ. Alors que les grains présentaient une morphologie allongée suivant l'axe Z (axe de fabrication), ceux-ci, après

ce traitement, ne présentent plus de direction de croissance préférentielle. L'utilisation des agrandissements locaux permet de se rendre compte de la morphologie des grains. Ainsi, il apparaît que les grains ont une forme similaire d'un plan à l'autre.

Outre la forme des grains qui est différente du cas brut, les joints de grains ont également une particularité. Ceux-ci sont, dans le cas brut, de forme sinueuse contrairement aux joints de grains observés après traitement qui sont de forme plus rectiligne. Cette particularité, en plus du changement de forme évident, permet d'attester la formation de ces grains par recristallisation et non par un simple changement morphologique survenu après le traitement.

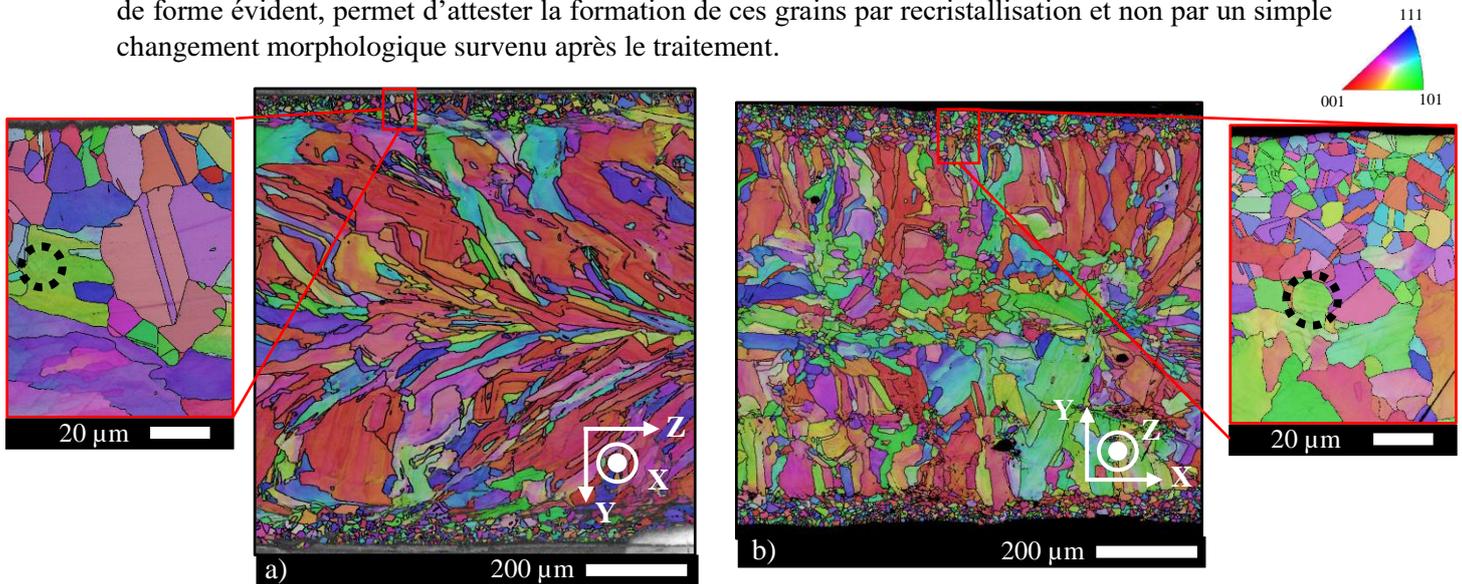


Figure II. 35 : Image EBSD d'un échantillon SMATé puis recuit à 1000°C dans le plan a) YZ (Transverse), b) XY (Section). Chaque image disposée à côté des principales correspond à un agrandissement du bord.

Pour rappel, le traitement de recuit à 1000°C opéré sur le cas brut ne génère pas de changement significatif au niveau de la morphologie des grains. Cela signifie donc que le traitement SMAT préalablement effectué en surface a joué un rôle primordial dans ce résultat.

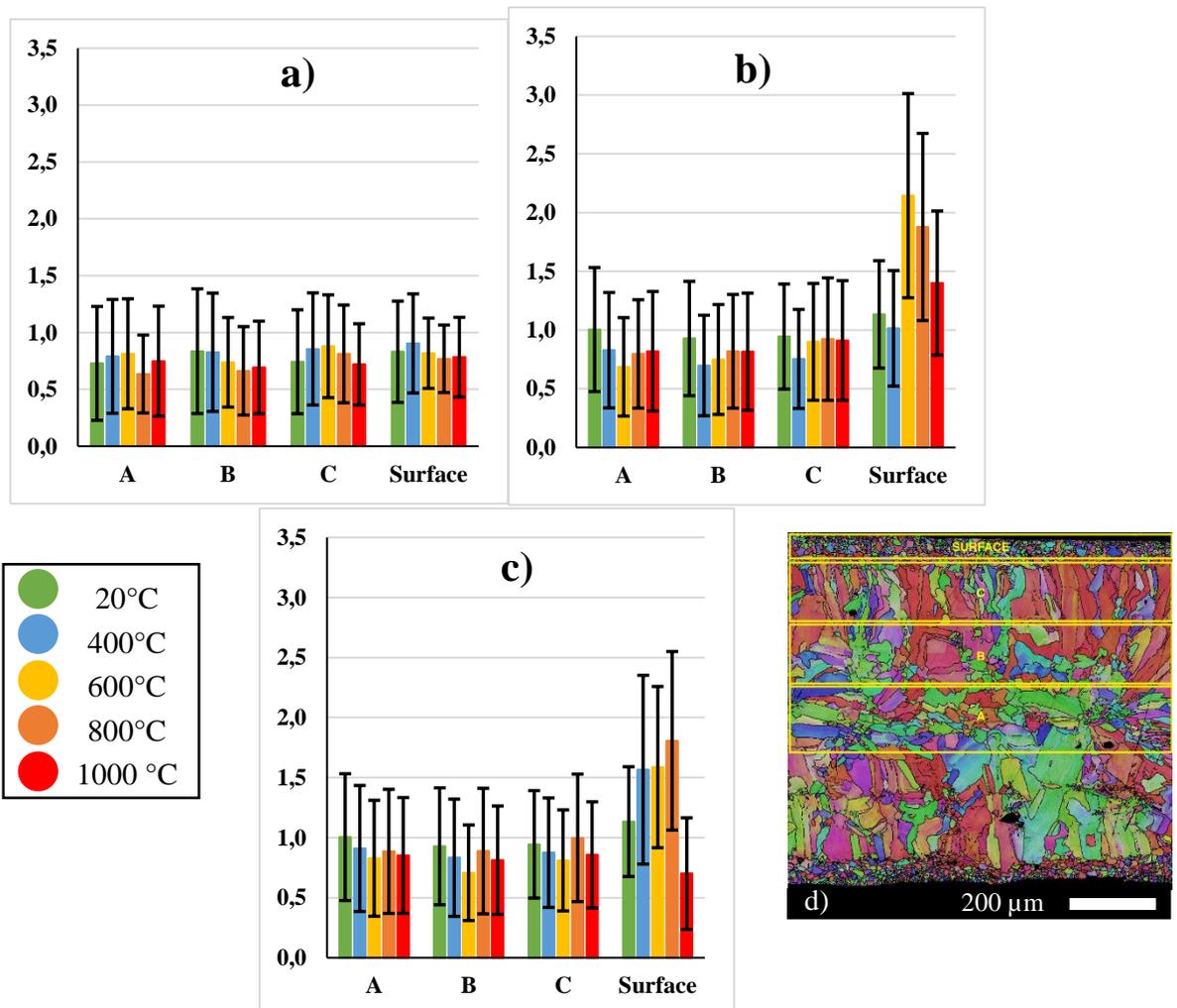
Comme évoqué précédemment, le post-traitement SMAT déforme plastiquement la surface de l'échantillon, ce qui se traduit par l'insertion d'un nombre important de défauts, tels que des dislocations ou des macles. Ces défauts introduits dans le réseau sont ainsi en surconcentration et par conséquent, l'énergie interne du réseau y est bien supérieure à celle du même réseau non contraint ce qui lui confère une configuration instable. L'agitation thermique apportée par le traitement de recuit permet un réarrangement du réseau par migration des défauts et également la formation de nouveaux grains par recristallisation, ce qui permet de diminuer l'énergie interne du réseau. Ces nouveaux grains vont se former par germination, dont les sites de croissance seront d'autant plus nombreux que le nombre de défauts est important.

Ainsi, le traitement SMAT a permis d'introduire suffisamment de défauts pour permettre une recristallisation complète des grains en sous-couche. Certaines macles de déformation sont encore visibles dans l'échantillon (schématisé par un cercle pointillé noir) mais sont en nombre bien plus restreint que dans le cas SMATé. Un nombre important de macles de recuit, caractérisées par la séparation cristallographique d'un grain en deux parties distinctes, est observé dans les grains recristallisés.

Ainsi, un traitement de recuit effectué sur un acier 316L SLM ne modifie pas sa microstructure, au sens de la taille et de la forme des grains. L'ajout du traitement SMAT permet au contraire d'introduire un nombre de défauts conséquent nécessaires au phénomène de recristallisation en sous-couche. Après recristallisation, cette sous-couche présente des grains de forme isotrope.

L'analyse EBSD permet également de fournir, en plus des images précédemment discutées montrant la morphologie de la microstructure, les tailles des grains ainsi que l'angle moyen de désorientation intragranulaire. Ces deux caractéristiques permettent de détailler plus précisément l'effet d'un traitement sur les grains.

Les Figure II. 36a, b et c présentent les angles moyen de désorientation relevés sur les échantillons en acier 316L SLM ayant été recuits, recuits puis SMATés ou SMATés puis recuits respectivement. Les zones d'extraction des données ont été réalisées sur les plans XY et sont présentées sur la Figure II. 36d. Cet angle moyen de désorientation a été obtenu par une méthode qui mesure la variation entre un pixel et ses plus proches voisins (Sáez-Maderuelo et al., 2011).



L'angle moyen de désorientation ne varie pas dans l'échantillon par traitement de recuit comme le montre la Figure II. 36a. Il apparaît que le traitement SMAT augmente la valeur de cet angle exclusivement sur la surface. L'angle ne semble pas varier pour le cas recuit à 400°C puis SMAT de la Figure II. 36b mais il s'agirait probablement d'un effet de bord. De plus, la recristallisation observée sur la Figure II. 35 est également détectée via l'angle moyen de désorientation. En effet, la recristallisation survenant après un traitement SMAT suivi d'un recuit à 1000°C fait baisser la valeur de cet angle (Figure II. 36c).

Les grains à la surface présentent des variations de diamètre (Figure II. 37a). Il est observé une légère augmentation linéaire du diamètre des grains, ce qui indique que le traitement de recuit a un impact sur les grains en surface. De la même manière, une augmentation linéaire du diamètre des grains est

observée dans le cas des échantillons SMATés puis recuits. La taille des grains est plus petite que dans le cas du recuit seul car le traitement SMAT a affiné les grains à la surface. Ainsi, ces valeurs traduisent le fait que la recristallisation est un processus qui se produit à toutes les températures de recuit, proportionnellement à cette dernière.

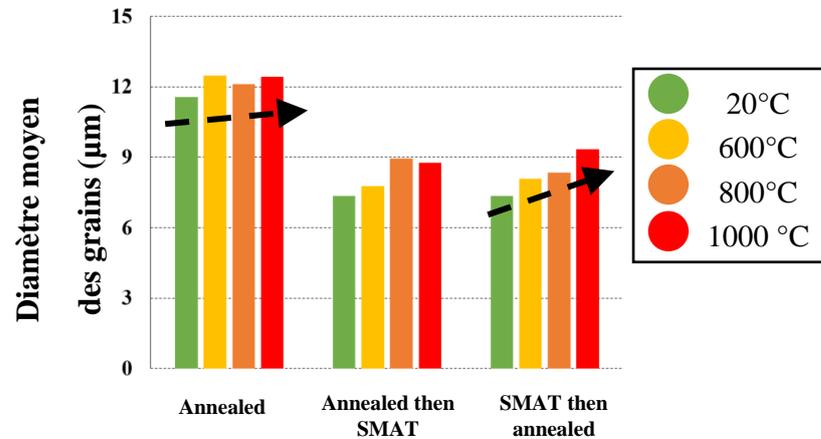


Figure II. 37 : Diamètre moyen des grains à la surface des échantillons suivant les différents traitements.

Il a été vu que la conception SLM appliquée à de l'acier 316L génère des grains dirigés dans l'axe de fabrication. L'application du post-traitement SMAT ne modifie pas significativement la taille et la morphologie des grains mais déforme plastiquement la surface de l'échantillon de façon à y introduire un nombre de défauts conséquent, tel que des macles de déformations ou des dislocations.

Le traitement thermique de recuit employé sur une durée d'une heure ne semble n'avoir qu'un faible impact sur la taille et la morphologie des grains, hormis lorsque le recuit opéré à 1000°C est précédé du traitement SMAT, ce qui permet une recristallisation des grains en surface. De plus, à une échelle d'observation plus fine, l'intérieur des grains est modifié par ce traitement thermique. En effet, la structure cellulaire composant ces grains disparaît complètement à la suite du traitement thermique à 1000°C (observé précédemment sur la Figure II. 31e).

Pour continuer l'analyse de la microstructure, et en particulier l'analyse précise de l'impact du SMAT sur la surface de l'échantillon, des techniques d'imageries plus précises que le MEB vont être nécessaires, afin d'une part pouvoir observer une potentielle couche nanocristalline et d'autre part, comprendre sa formation.

## II.4.4 Utilisation de lames minces

### II.4.4.1 Echantillons utilisés

Des lames minces, désignant des échantillons d'une épaisseur d'une centaine voire dizaine de nanomètres, sont utilisées dans le cas d'une observation par microscopie électronique en transmission (MET). Cette technique permet d'obtenir une résolution d'image impossible à atteindre par MEB. Ainsi, des détails à l'échelle nanométrique sont observés. C'est un outil indispensable pour la compréhension des propriétés d'un matériau. Les lames minces ont été obtenues par usinage direct de l'échantillon via un faisceau d'ions gallium focalisés (par FIB : Focused ion beam) à l'intérieur d'un MEB. Les lames minces utilisées dans cette étude ont été usinées en sous-traitance via le réseau académique Renatech à Lille.

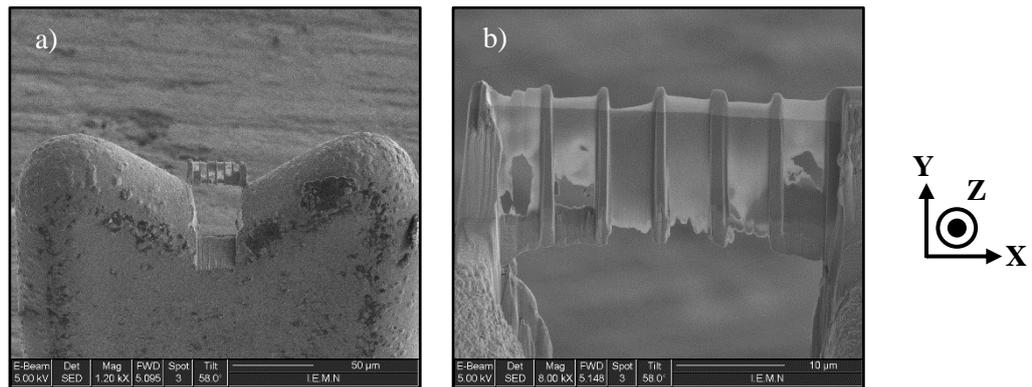


Figure II. 38 : Exemple de lames minces en bandes amincies a) Déposées sur un support dit en M, b) Agrandissement.

Les Figure II. 38a et b présentent les lames minces utilisées pour cette étude. Elles se présentent sous la forme de bandes amincies d’une épaisseur d’une centaine de nanomètres dont le plus grand axe est orienté suivant l’axe Y, correspondant à l’épaisseur de nos échantillons, de façon à observer l’effet du SMAT suivant cet axe.

#### II.4.4.2 Observation de la sous-couche par TKD

La première conclusion qu’il est possible de valider à l’aide d’observations par TKD des lames minces extraites depuis la surface de l’échantillon SMATé est la formation de grains de taille nanométrique observée après SMAT. La Figure II. 39a présente ce résultat. La déformation plastique engendrée en surface par le traitement SMAT se traduit par la formation d’un nombre important de macles de déformation, précédemment décrite dans la Figure II. 34.

En s’attardant plus en détail à l’extrême surface de cet échantillon (Figure II. 39b), il est possible de détecter la présence de grains d’une taille nanométrique confirmant ainsi la capacité du traitement SMAT à générer des nanograins. Par ailleurs il apparaît que cette nanocristallisation ne forme pas une « couche » dans le sens où cette formation ne présente pas un caractère régulier et est de plus d’une épaisseur inférieure au micron malgré un traitement opéré pendant une durée de 30 minutes.

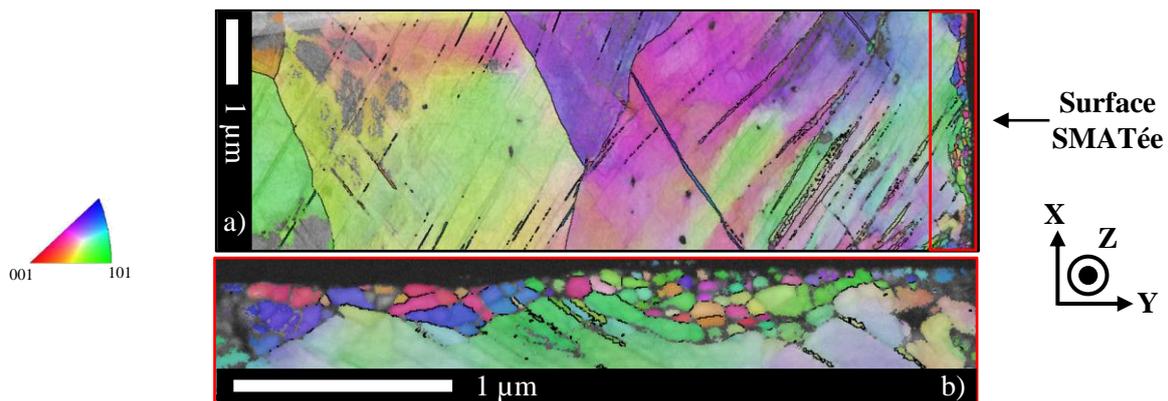


Figure II. 39 : Observation TKD de a) l’extrême surface d’un échantillon SMATé, b) agrandissement de la zone entourée en rouge de la Figure II. 39a.

La principale différence avec les nanostructures générées sur de l’acier 316L conventionnel par SMAT concerne la microstructure initiale de l’acier et celle-ci pourrait jouer un rôle important dans le mécanisme de nanocristallisation. Il a notamment été vu précédemment que la transformation martensitique est grandement atténuée du fait de la structure cellulaire présente dans l’acier 316L SLM.

### II.4.4.3 Cellules de dislocations

Les lames minces permettent d'observer plus en détails la microstructure cellulaire précédemment décrite au MEB et en particulier les cellules de dislocations. La Figure II. 40a présente une image TKD dans laquelle des cellules de dislocations sont enchevêtrées. Des nano-oxydes sont également identifiés. L'analyse EDS permet de constater que ces cellules présentent une différence de composition entre leurs frontières et leur centre. En effet, les Figure II. 40b permettent d'identifier un appauvrissement en Fe aux frontières des cellules accompagné d'un enrichissement en divers éléments, à savoir, en Cr, Si, Mo. Bien que la fabrication des éprouvettes soit réalisées sous argon, il convient de rappeler que le taux d'oxygène résiduel est de 0.02%, ce qui pourrait expliquer la présence de ces nano-oxydes.

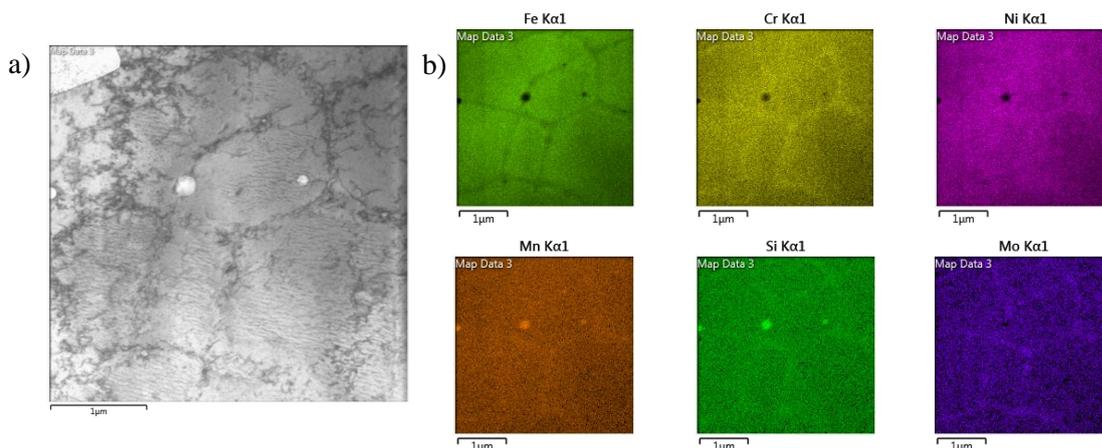


Figure II. 40 : Image TKD de a) les cellules de dislocations et b) analyse EDS de cette image.

### II.4.5 Hypothèse du rôle de la structure cellulaire

La Figure II. 41 présente la sous-couche d'un échantillon en acier 316L conventionnel SMATé. Il apparaît très nettement à droite de la figure des grains de tailles équivalentes voire inférieures au micron. Ces grains sont le résultat de l'affinement progressif engendré par le traitement SMAT. De plus, les conditions de traitement employées (durée de traitement, taille des billes) pour traiter par SMAT l'échantillon de la Figure II. 41 sont les mêmes que celles employées sur l'acier 316L SLM de cette étude (voir Figure II. 39). La différence entre les Figure II. 39 et 41 est significative, l'épaisseur de la couche nanocristallisée est bien supérieure dans le cas de l'acier 316L conventionnel que SLM.

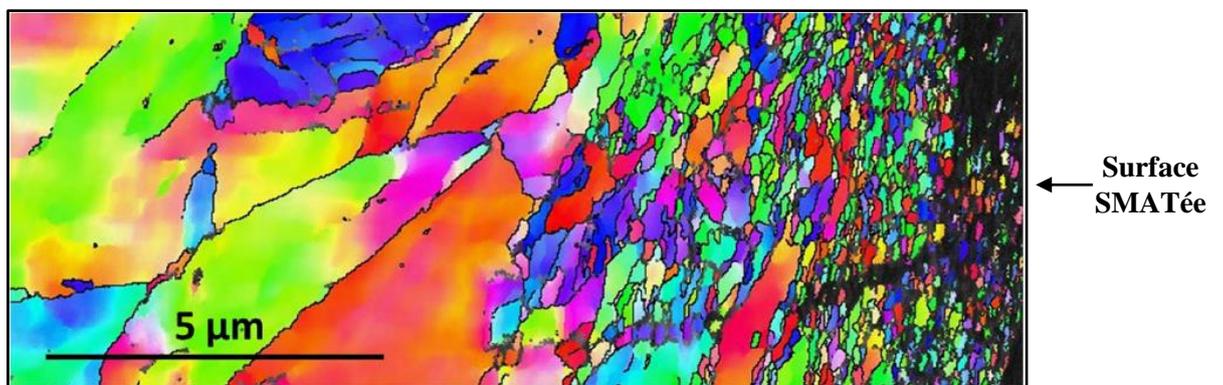


Figure II. 41 : Image EBSD d'un échantillon en acier 316L conventionnel SMATé (Proust et al., 2015).

Ainsi, dans cette dernière section, le rôle de la structure cellulaire au cours du traitement SMAT est étudié. Une hypothèse est proposée pour expliquer pourquoi la couche nanocristallisée est d'une

épaisseur significativement plus faible comparée à la couche obtenue pour un acier 316L conventionnel SMATé non recuit. Avant cela, un bref résumé de la structure cellulaire, de son origine à son rôle dans le comportement mécanique général de l'acier 316L SLM est effectué.

Il a été vu dans le chapitre précédent que la structure cellulaire a pour origine les distorsions thermiques générées durant l'impression de l'échantillon (Bertsch et al., 2020). Ce réseau permet de conférer à l'acier 316L SLM une résistance ainsi qu'une ductilité significativement améliorées par rapport à un acier conventionnel (Y. M. Wang et al., 2018). Ces bonnes propriétés mécaniques sont notamment le résultat de la forte densité de dislocations constituant ce réseau (Bahl et al., 2019). De plus, l'avantage offert par ce réseau sur les propriétés mécaniques s'accompagne d'une interaction différente avec la microstructure comparée à un acier 316L conventionnel. En effet, il a été reporté que cette structure interne augmente la stabilité austénitique de l'acier (Hong et al., 2019). De fait, la présence de martensite dans l'acier 316L SLM après SMAT dans cette étude est négligeable.

Or, les conclusions d'expériences du paragraphe précédent sont le résultat d'essais de traction réalisés à des vitesses de déformations de l'ordre de  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup>. Le traitement SMAT opère à la surface de l'échantillon à des vitesses de déformations de l'ordre de  $10^2$  à  $10^3$  s<sup>-1</sup> (Azadmanjiri et al., 2015). Il a été montré que les propriétés mécaniques de l'acier ne sont pas affectées par une vitesse de déformation allant de  $10^{-3}$  à  $10^3$  s<sup>-1</sup> (Davies and Magee, 1975), mais les mécanismes de déformation liés à la microstructure le sont. En effet, la recristallisation dynamique d'un acier 316L(N) renforcé à l'azote varie suivant une vitesse de déformation allant de 0.001 à 10 s<sup>-1</sup> (Mandal et al., 2014). Concernant l'acier 316L SLM, celui-ci a une sensibilité bien plus importante à la vitesse de déformation que l'acier conventionnel (Li et al., 2019). La différence de vitesse de déformation a donc son importance.

Ainsi, le réseau de dislocations possède la particularité de « filtrer » les nouvelles dislocations générées durant un essai de traction à une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-3}$  s<sup>-1</sup> (Liu et al., 2018). Que se passe-t-il donc lors d'un traitement SMAT où la vitesse de déformation en surface est  $10^6$  fois plus élevée ?

L'hypothèse formulée est donc que la microstructure cellulaire présente un comportement différent à celui répertorié dans la littérature lors d'un traitement SMAT du fait de la grande vitesse de déformation. Au lieu d'avoir une progression des dislocations contrôlée, ces dernières vont rapidement s'accumuler et, à l'inverse d'un filtre, obstruer le passage. Pour étayer cette hypothèse, il a été quantifié précédemment que la densité de dislocations en surface (voir Figure II. 14a) atteint une valeur de saturation en quelques minutes (5 min sur les 30 min de traitement). De plus, la valeur de densité de dislocations dans l'épaisseur (voir Figure II. 14b) chute à une distance de 100  $\mu$ m de la surface pour se stabiliser à la valeur avant l'application du traitement SMAT. Ces deux éléments sont révélateurs d'une saturation de la valeur de densité de dislocations en sous-couche. De plus, il a également été observé que la présence de martensite après SMAT n'est attestée qu'une fois que la structure cellulaire a disparu de la microstructure (après un recuit à une température de 1000°C).

Ces éléments permettent d'expliquer l'hypothèse selon laquelle le traitement SMAT a un impact plus modéré sur la microstructure de l'acier 316L SLM comparé à un acier conventionnel du fait de la présence de la microstructure cellulaire. Ainsi, cette microstructure cellulaire inhibe l'effet du SMAT en sous-couche, ce qui explique la faible épaisseur de couche nanocristallisée observée sur la Figure II. 39. Pour aller plus loin, des pistes d'analyses seront proposées en perspective pour permettre d'élucider ce point.

## II.5 Conclusion

Dans ce chapitre, la microstructure ainsi que la porosité des aciers 316L SLM bruts, SMATés, recuits ou encore traités par un post-traitement successif (SMAT puis recuit ou inversement) a été

analysée. Les effets du traitement SMAT, des traitements thermiques et de la combinaison successive de ces derniers ont été évalués.

La microstructure brute est similaire à celle observée dans la littérature, des grains observés en EBSD à la structure cellulaire observée par MEB. La stratégie de lasage employée dans notre étude comporte notamment une réalisation identique du contour d'une couche à l'autre. Cela a permis d'observer la nette différence de solidification entre une zone sujette à peu de refusion (le contour) par rapport à la zone du cœur dans laquelle la microstructure présente une direction de solidification aléatoire. Les traitements de recuits effectués confirment également la dépendance de la microstructure cellulaire à la température de recuit. Au-delà de 600°C, la microstructure cellulaire disparaît peu à peu jusqu'à 1000°C où elle n'est plus observée.

La porosité a été étudiée suivant plusieurs méthodes. Il a été montré que les échantillons bruts possèdent un taux de porosité faible (<1%). Les porosités, constituées de pores sphériques, de défaut de fusion ainsi que de pores débouchant en surface sont disséminées aléatoirement dans l'échantillon, indépendamment de la stratégie de lasage. L'étude de la sous-couche a permis de montrer que le traitement SMAT permet d'éliminer les pores sur une épaisseur de 100µm depuis la surface de l'échantillon. Les échantillons SMATés présentent ainsi une sous-couche dense exempte de porosités.

Le traitement SMAT induit en surface la formation de bandes de glissement, caractéristique d'une accumulation de dislocations. L'analyse par diffraction des rayons X a permis de montrer que la densité de dislocations en surface augmente considérablement après un traitement SMAT. L'acier employé dans cette étude, possédant une stabilité austénitique relativement faible n'a pas montré de signe de formation prononcé de martensite après SMAT. Le relevé des diffractogrammes des autres échantillons a permis de montrer que la microstructure cellulaire inhibe la formation de martensite. Ce résultat est attesté par le diffractogramme de l'échantillon en acier 316L SLM recuit à 1000°C puis SMATé. Cet échantillon présente la particularité de ne plus présenter de microstructure cellulaire du fait du traitement thermique employé. Le diffractogramme révèle un pic de martensite plus prononcé que tous les autres cas, confirmant le rôle inhibiteur de la microstructure cellulaire sur la formation de martensite.

Les grains en sous-couche des échantillons observés par EBSD ne sont que peu influencés par un traitement thermique. En revanche, le traitement SMAT induit la formation de bandes de glissements et de macles dans les grains en sous-couche. La combinaison d'un traitement SMAT suivi d'un traitement thermique permet une recristallisation complète de la sous-couche, permettant d'obtenir des grains similaires à ceux d'un acier 316L conventionnel.

L'étude de la sous-couche observée par TKD confirme la présence de nanograins en surface de l'échantillon en acier 316L SLM après SMAT. Néanmoins, il apparaît que cette couche est d'une épaisseur bien plus faible que celle observée pour un acier 316L conventionnel SMATé sous les mêmes conditions. Avec des éléments présentés au cours du chapitre, une hypothèse sur le rôle de la structure cellulaire est proposée, permettant d'expliquer la faible capacité de nanocrystallisation de l'acier 316L SLM.

Dans le chapitre suivant, les propriétés mécaniques en traction et fatigue de l'acier 316L SLM brut ou traité sont présentées. L'observation de la microstructure effectuée dans ce chapitre permettra d'expliquer les propriétés mécaniques obtenues.

# Chapitre III : Etude des propriétés mécaniques

<b>Chapitre III : Etude des propriétés mécaniques .....</b>	<b>67</b>
III.1 Introduction .....	68
III.2 Evolution des propriétés du matériau .....	68
III.2.1 Rugosité.....	68
III.2.2 Analyse de la micro-dureté Vickers .....	70
III.2.3 Profils de contraintes résiduelles .....	71
III.3 Comportement en traction .....	74
III.3.1 Dispositif expérimental .....	74
III.3.2 Résultats expérimentaux.....	75
III.3.3 Faciès de rupture.....	80
III.3.4 Discussion sur les mécanismes de renforcement.....	82
III.4 Comportement en fatigue en flexion alternée.....	84
III.4.1 Dispositif expérimental .....	84
III.4.2 Résultats expérimentaux.....	85
III.4.3 Initiation de fissures .....	88
III.4.4 Faciès de rupture.....	91
III.4.5 Discussion sur la propagation de fissures.....	94
III.5 Conclusion.....	96

## III.1 Introduction

Le chapitre précédent était consacré à l'étude de l'évolution de la microstructure suivant les post-traitements thermiques et mécaniques effectués sur les pièces en acier 316L réalisées par SLM ainsi qu'à l'apport spécifique du traitement SMAT quant à la nanocristallisation opérée en surface des pièces traitées. Des changements notables de microstructure ont pu être observés, changements qui vont avoir un impact sur les propriétés mécaniques décrites dans ce chapitre, tant sur les essais de traction que de fatigue.

## III.2 Evolution des propriétés du matériau

La première évolution visible avant et après l'application de traitements SMAT et thermiques concerne la surface des échantillons, quantifiée par des mesures de rugosité.

### III.2.1 Rugosité

Les mesures de rugosité permettent d'accéder à des données chiffrées permettant de caractériser l'état de la surface étudiée. Le paramètre le plus couramment employé pour désigner la rugosité est le paramètre Ra, correspondant à la hauteur moyenne arithmétique (Gadelmawla et al., 2002). Néanmoins, d'autres paramètres sont essentiels pour être en mesure de réellement décrire la surface.

Le paramètre Ra n'est qu'une moyenne, il ne renseigne pas sur la hauteur totale du profil ou sur l'influence que vont avoir les pics ainsi que les creux sur le profil.

Ainsi, en plus du paramètre Ra, deux autres paramètres ont été étudiés, à savoir Rq et Rt. La hauteur moyenne quadratique Rq est un paramètre plus sensible aux pics et creux du profil. De ce fait, si deux surfaces peuvent présenter une valeur de Ra similaire, le paramètre Rq permettra de les discerner. En effet, la valeur de rugosité quadratique sera différente si deux surfaces ayant une valeur Ra égale ont des pics et creux différents. Le dernier paramètre étudié est la hauteur maximale du profil Rt. Comme son nom l'indique, ce paramètre indique l'écart entre la hauteur maximale des pics et la profondeur maximale des creux sur la longueur du profil étudiée. Les mesures ont été effectuées conformément à la norme ISO 4287 relative à la définition des paramètres du profil de rugosité ("ISO 4287:1997").

Les valeurs de ces trois paramètres sont représentées sur la Figure III. 1. Celles-ci se résument aux valeurs sur les échantillons bruts, SMAT Low et SMAT High étudiés. Les valeurs de rugosité des échantillons ayant subi un traitement thermique ne présentent pas de différence significative et ne sont par conséquent pas présentées. La seule conséquence des traitements thermiques sur la rugosité peut être la formation d'oxydes en surface qui modifie la valeur de rugosité.

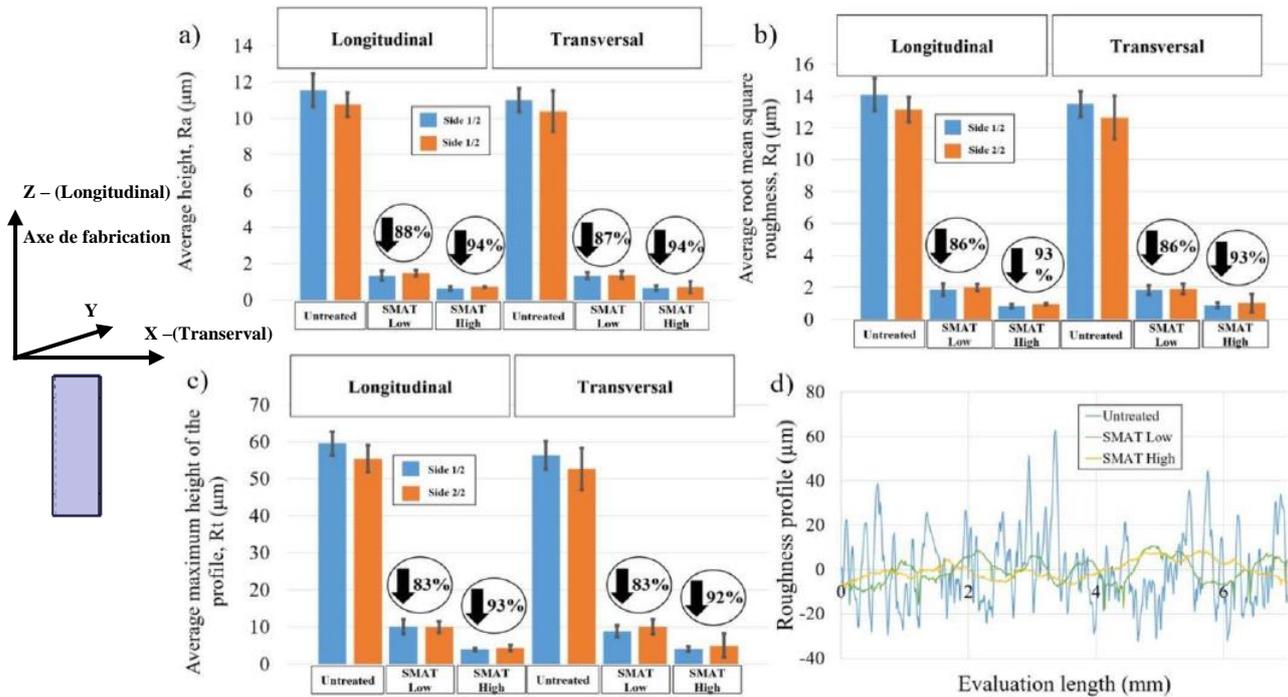


Figure III. 1 : Paramètres de rugosité suivant les cas brut, SMAT Low et SMAT High ; a) Ra, b) Rq, c) Rt, d) Exemple de profils de rugosité.

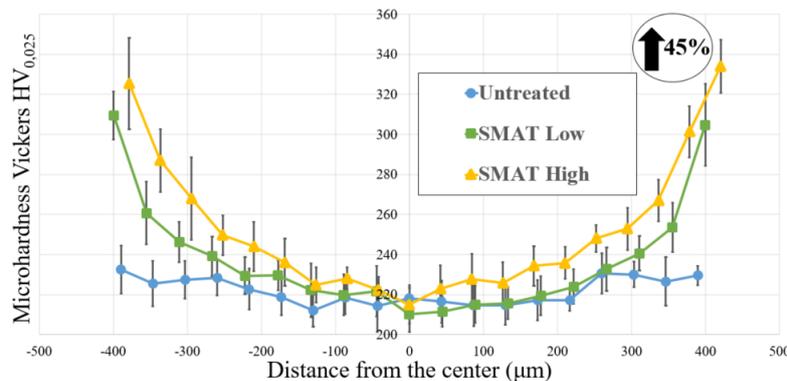
Les Figures III. 1a, b et c présentent les paramètres Ra, Rq et Rt respectivement. La Figure III. 1d présente un exemple de profil de rugosité obtenu dans chaque cas. L'échantillon brut de fabrication est caractérisé par une valeur de rugosité Ra de l'ordre de 12 µm, ce qui constitue une rugosité élevée et témoigne d'une qualité de surface relativement médiocre. La valeur du paramètre Rt est quant à elle égale à 55 µm. Là encore, cette valeur atteste de l'irrégularité de surface provenant des particules de poudre précédemment observées, tapissant la surface de l'échantillon. Il est à noter que les mesures de rugosité ont été réalisées suivant les deux faces de tous les échantillons, ainsi que suivant les axes longitudinal (axe de fabrication) et transversal (axe Y). Les mesures n'indiquent pas de différences significatives suivant l'axe ou la face étudiés, les valeurs des paramètres Ra, Rq et Rt sont similaires. Comme cela avait été précisé lors de la définition des paramètres de fabrication, les éprouvettes ont été réalisées à la verticale afin d'éviter au maximum des différences de rugosité entre les deux faces des éprouvettes. D'après les résultats de rugosité du cas brut sur les Figure III. 1, ce choix a été concluant.

Le traitement SMAT modifie significativement le profil de rugosité observé sur la Figure III. 1d, quel que soit le traitement employé. La modification de ce profil se traduit par une diminution des valeurs des différents paramètres présentés précédemment. Par ailleurs, le traitement SMAT agit de façon homogène sur la réduction de la rugosité, donnant lieu à des valeurs comparables d'une face ou d'un axe à l'autre. Cela indique que le traitement SMAT a un impact uniforme sur la surface des échantillons. Les valeurs de rugosité obtenues pour les échantillons SMATés sont à plus de 85% plus basses que les valeurs des échantillons bruts. Ainsi, le paramètre Ra devient inférieur à 2 µm. Les autres paramètres Rq et Rt subissent une diminution similaire à Ra. Ainsi, la hauteur maximale du profil est inférieure à 10 µm.

La forte rugosité des échantillons bruts constitue un inconvénient dans le cadre d'une sollicitation en fatigue. En effet, certaines zones de la surface peuvent se révéler agir comme des zones de concentration de contraintes lors des sollicitations, ce qui diminue inévitablement la durée de vie des pièces. Le traitement SMAT ne permet pas d'obtenir une surface exempte de tous défauts mais la qualité de surface est grandement améliorée.

### III.2.2 Analyse de la micro-dureté Vickers

Comme il a été vu dans le paragraphe précédent, le traitement SMAT a permis de modifier drastiquement la topographie de la surface des échantillons bruts en acier 316L SLM. Cette modification s'est effectuée par déformation plastique suite aux impacts des billes. L'analyse de la micro-dureté permet ainsi de quantifier cette déformation plastique et de constater l'érouissage subi en surface. La Figure III. 2 présente les profils de micro-dureté relevés dans le plan XY le long de l'axe correspondant à l'épaisseur (axe Y). Chaque valeur contenue dans le graphe correspond à une moyenne de 10 indents.



**Figure III. 2 : Profils de micro-dureté dans l'épaisseur des échantillons bruts, SMAT Low et SMAT High (éprouvettes de traction).**

Les valeurs de micro-dureté sur le profil de l'échantillon brut, à cœur ou proche de la surface, ne présentent pas de variation significative, les valeurs étant égales à  $222 \pm 6$  HV<sub>0.025</sub>. Après traitement SMAT, la micro-dureté est augmentée significativement de chaque côté de l'échantillon. Les différents traitements SMAT employés ont un effet semblable sur l'échantillon, la différence étant que le traitement SMAT High, le plus sévère, génère des valeurs de micro-duretés plus élevées, à une même profondeur, comparée au traitement SMAT Low. Ainsi, à une quarantaine de micromètres sous la surface SMATée, la micro-dureté est augmentée de plus 45% par rapport à l'état brut.

Concernant les essais de micro-dureté réalisés pour les autres traitements (bruts recuits, SMAT puis recuits et recuits puis SMAT), une moitié d'épaisseur seulement a été évaluée. En effet, le traitement SMAT a produit des profils symétriques sur la Figure III. 2, il n'est donc pas nécessaire d'indenter toute l'épaisseur pour observer les différentes modifications apportées par chaque traitement.

La Figure III. 3 regroupe les trois graphes présentant les profils de micro-dureté pour les cas recuits, SMATés puis recuits et enfin recuits puis SMATés en a, b et c respectivement. Concernant les mesures reportées, elles sont une nouvelle fois égales à une moyenne de dix indents. Pour les mesures réalisées directement sur la surface des échantillons SMATés (symbolisées par des triangles sur les Figure III. 3b et c), une charge de 200 gf a été employée afin de pouvoir avoir des indents suffisamment gros et ainsi les identifier en surface, chose impossible à réaliser avec une charge de 25gf comme utilisé dans le reste des mesures. La médiocre qualité de surface dans le cas brut n'a néanmoins pas permis de réaliser des mesures exploitables en surface. La courbe pour le cas recuit n'en possède donc pas également.

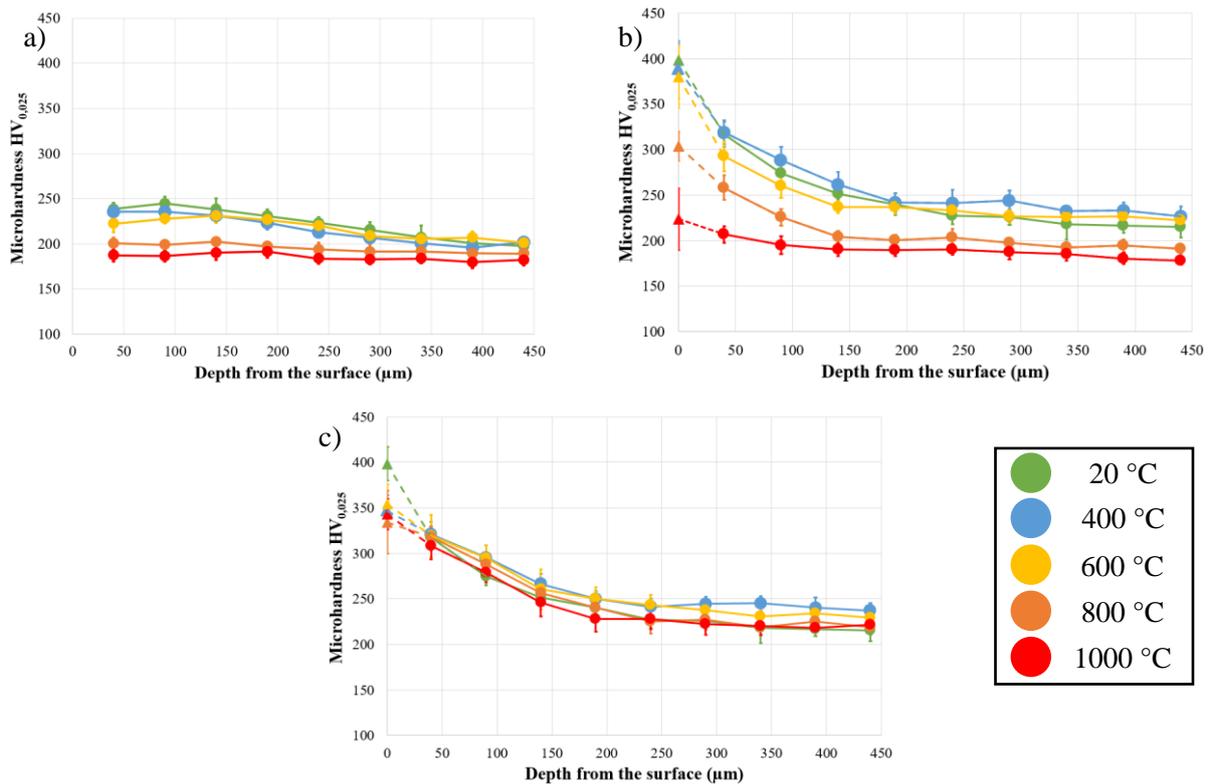


Figure III. 3 : Profils de micro-duretés sur des échantillons a) Bruts recuits, b) SMATés puis recuits, c) Recuits puis SMATés.

Concernant tout d'abord le traitement de recuit seul ainsi que le traitement SMAT suivi d'un recuit, il apparaît que les profils sont modifiés significativement après une température d'au minimum 800°C. En effet, dans le cas du recuit seul, les valeurs de micro-dureté tendent à diminuer jusqu'à une valeur de  $185 \pm 4$  HV<sub>0.025</sub> environ. Pour le cas SMAT puis recuit (Figure III. 3b), le même phénomène est observé avec une diminution bien plus marquée en surface. Cette diminution à partir d'une certaine température fait écho à l'évolution de la microstructure en fonction de la température étudiée dans le chapitre précédent. Il a en effet été observé que la microstructure cellulaire disparaissait petit à petit à partir de 600°C jusqu'à complètement disparaître à 1000°C. Cette microstructure, constituée d'un enchevêtrement de dislocations est donc tout naturellement un facteur augmentant la micro-dureté. Ainsi, lorsque cette microstructure tend à disparaître, la micro-dureté chute inexorablement, et ce, dans tout l'échantillon. Dans le cas du SMAT suivi d'un recuit, la plus forte baisse constatée en surface vient du fait que le traitement SMAT a préalablement introduit un grand nombre de dislocations, favorisant ainsi le phénomène de recristallisation au cours du recuit qui le succède. Après un recuit de 1000°C, les effets du traitement SMAT en surface ne sont plus visibles.

Pour le cas recuit puis SMATé (Figure III. 3c), les profils de micro-dureté sont similaires. Il apparaît donc que le traitement SMAT effectué après un recuit permet de maintenir un écrouissage équivalent dans l'échantillon, et ce, quelle que soit la température de recuit employée.

### III.2.3 Profils de contraintes résiduelles

Afin de réaliser les mesures de contraintes résiduelles en profondeur pour établir un profil, il est nécessaire de procéder à un enlèvement de matière. Pour ce faire, un polissage électrolytique est employé. La Figure III. 4a présente une éprouvette de fatigue électropolie en son centre. Contrairement à un polissage mécanique utilisant un contact physique pouvant écrouir la surface de la pièce, le polissage électrolytique dissout la surface par attaque chimique durant le procédé. Ainsi, ce type de polissage a la particularité de ne pas écrouir la surface et donc de ne pas introduire de contraintes

résiduelles supplémentaires pouvant fausser les mesures. Un exemple de polissage successif réalisé sur une profondeur de plus de 700  $\mu\text{m}$  est présenté sur la Figure III. 4b.

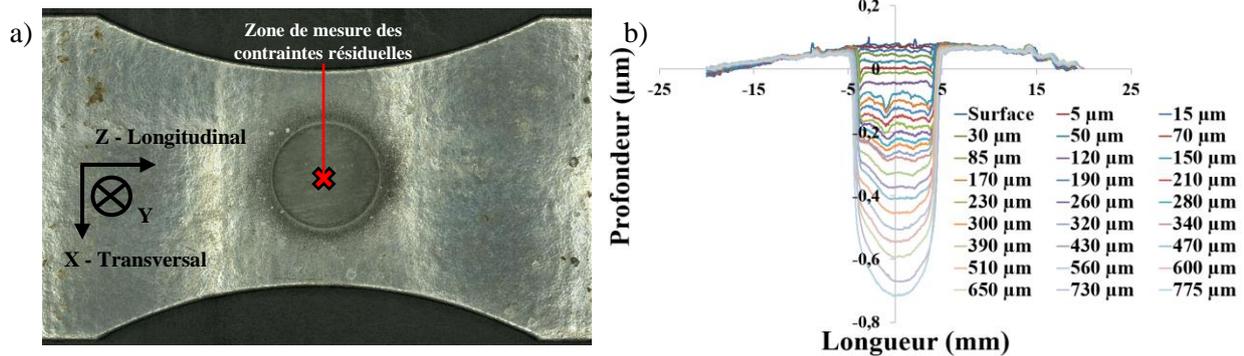


Figure III. 4 : a) Eprouvette de fatigue électropolie en son centre ; la croix rouge symbolise la zone de mesure des contraintes résiduelles, b) Exemple couches de matière enlevées par polissages électrolytiques successifs.

Après polissage, en relevant la topographie de la surface et en la comparant avec celle avant polissage, la profondeur ainsi retirée est déterminée. Par la suite, la mesure des contraintes résiduelles par la méthode des  $\sin^2\psi$  est effectuée. Les Figure III. 5 présentent les profils de contraintes résiduelles suivant l'axe longitudinal et transversal obtenus sur des éprouvettes parallélépipédiques brutes ou SMATées.

L'échantillon brut de fabrication présente des contraintes résiduelles de traction suivant les deux axes étudiés. Celles-ci sont au maximum égales à +200 MPa ce qui est en accord avec des résultats de la littérature (Simson et al., 2017). L'application du traitement SMAT permet l'introduction de contraintes résiduelles de compression proches de la surface. Dans les deux cas SMATés présentés, les valeurs de compression maximales sont atteintes en sous-couche, à une profondeur d'environ 30  $\mu\text{m}$ , et correspondent à -400 MPa. Les valeurs de contraintes s'atténuent progressivement jusqu'à franchir le seuil auquel les contraintes résiduelles sont de nouveau de signe positif. La différence majeure entre les deux profils de contraintes suite aux traitements SMAT présentés est que pour une profondeur égale, les contraintes résiduelles de compression sont plus importantes pour le traitement SMAT High. La profondeur à laquelle les contraintes passent de nouveau dans le domaine positif est également décalée vers des valeurs plus importantes en utilisant le traitement SMAT High, surtout dans la direction transversale.

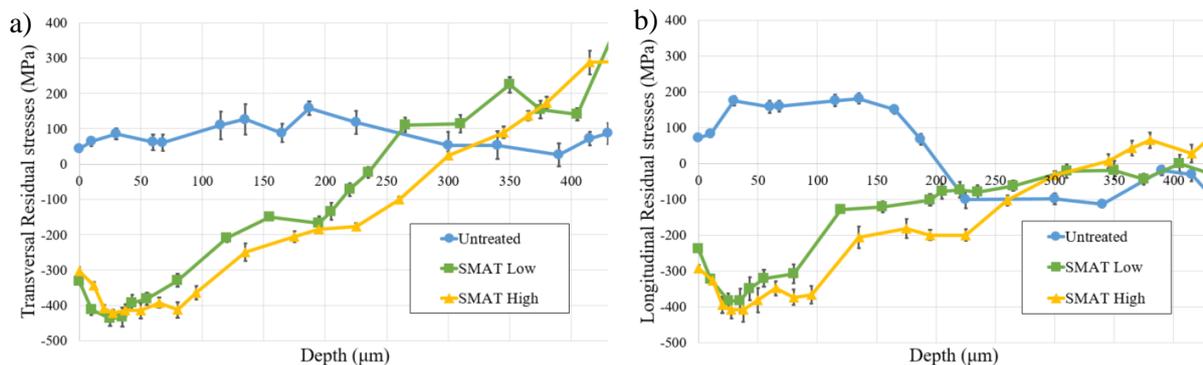
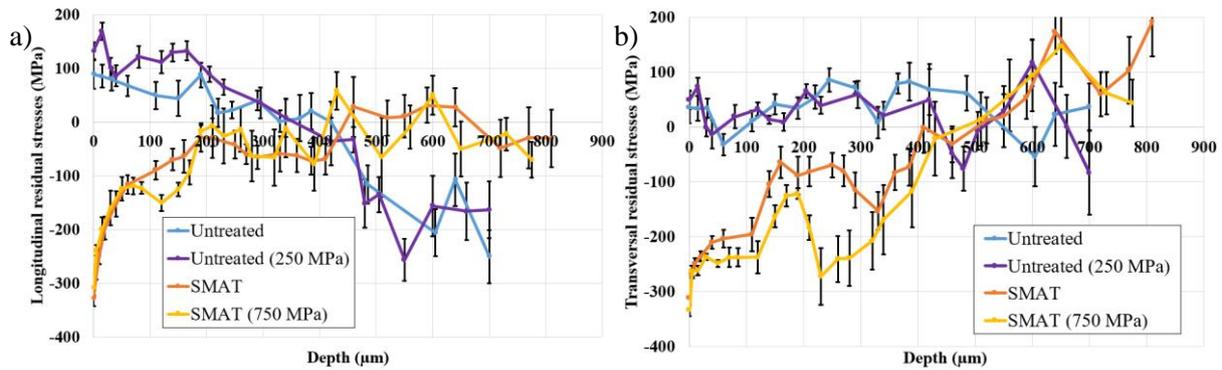


Figure III. 5 : Profils de contraintes résiduelles dans les échantillons parallélépipédiques suivant l'axe a) longitudinal (Z) et b) transversal (X).

Le traitement SMAT est donc un moyen efficace pour introduire des contraintes résiduelles de compression dans la zone proche de la surface de pièces obtenues par SLM. Des mesures ont également été réalisées sur des éprouvettes de fatigue, avant et après sollicitations. Les Figure III. 6a et b présentent les profils des contraintes résiduelles obtenues suivant les deux axes dans le cas d'une éprouvette brute non sollicitée puis soumise à 2 millions de cycles à 250 MPa ainsi que d'une éprouvette SMATée non sollicitée puis soumise à 2 millions de cycles à 750 MPa .



**Figure III. 6 : Profils de contraintes résiduelles dans les échantillons de fatigue suivant l'axe a) longitudinal et b) transversal, pour des éprouvettes sollicitées ou non.**

Le traitement SMAT a, de la même manière que pour les éprouvettes parallélépipédiques de la Figure III. 5, introduit des contraintes résiduelles de compression dans la zone proche de la surface (jusqu'à 200 voire 400  $\mu\text{m}$  sous la surface en fonction de la direction considérée) des éprouvettes de fatigue. Un point intrigant concernant les profils de contraintes résiduelles des éprouvettes sollicitées est qu'elles ne présentent pas de relaxation particulière. En effet, il a été observé une relaxation des contraintes résiduelles internes après une sollicitation en fatigue (Zhou et al., 2018). Néanmoins, il apparaît une augmentation des contraintes résiduelles de compression, surtout en sous-couche (à partir de 20 à 50 micromètres sous la surface) dans le cas des éprouvettes sollicitées en fatigue pour le cas SMATé suivant les deux axes étudiés à des profondeurs variables (courbes jaunes sur les Figure III. 6). Les diffractogrammes de RX ont été vérifiés afin de détecter une éventuelle erreur de mesure permettant d'expliquer cette baisse dans les valeurs des contraintes résiduelles, sans succès.

Ces baisses de contraintes résiduelles pourraient être expliquées par une transformation de phase. En effet, la transformation martensitique induit une expansion de la maille qui amène à une génération de contraintes résiduelles de compression (Bagherifard et al., 2016). La transformation martensitique n'apparaît pas directement à la surface de l'échantillon sollicité car les contraintes résiduelles de compression en surface sont plus élevées qu'en sous-couche. En effet, en ayant des contraintes résiduelles de compression de l'ordre de -300 MPa en surface, la superposition avec l'essai de flexion induit un état de contrainte de l'ordre de +450 MPa. Cette valeur correspondant à l'addition des contraintes résiduelles de compression de -300 MPa avec la sollicitation en flexion en surface induisant une contrainte de + 750 MPa. La valeur de +450 MPa est inférieure à la limite d'élasticité de l'acier. Au contraire, à une profondeur de l'ordre de 200  $\mu\text{m}$ , les contraintes résiduelles de compression sont égales à -100 MPa (suivant l'axe transversal). De fait, lors de la superposition avec la flexion, l'état de contrainte atteint est de l'ordre de +500 MPa. Correspondant à l'addition des contraintes résiduelles de compression à 200  $\mu\text{m}$  d'épaisseur de -100 MPa avec la sollicitation en flexion à 200  $\mu\text{m}$  d'épaisseur induisant une contrainte de + 600 MPa. Même si cette valeur est également inférieure à la limite d'élasticité de l'acier, elle est plus proche que la valeur calculée en surface. Ainsi, la plastification peut apparaître en premier lieu en sous-couche, et avec la plastification, la transformation martensitique peut apparaître. La contrainte induite par la flexion diminuant dans le reste de l'épaisseur, le risque d'obtenir un dépassement de la limite d'élasticité au-delà de 200  $\mu\text{m}$  est négligeable.

Concernant la transformation martensitique, il a été vu dans le chapitre précédent la structure cellulaire de l'acier 316L SLM inhibe cette transformation. L'inhibition de la transformation martensitique par la structure cellulaire ne signifie pas que cette transformation ne peut pas apparaître. Pour le vérifier et ainsi montrer qu'il est possible d'obtenir une transformation martensitique en sous-couche expliquant les profils de contraintes résiduelles du cas SMATé sur les Figure III. 6, d'autres essais ont été effectués. L'étude des phases en présence le long d'une éprouvette SMATée sollicitée en traction a été réalisée. Comme présenté sur Figure III. 7, deux points ont été étudiés, un proche de la zone de striction et un autre sur une des têtes de l'éprouvette (zone non soumise à la sollicitation en traction). Il apparaît

nettement le pic caractéristique de la martensite au côté de celui de l'austénite (111). Ce résultat permet de montrer qu'une déformation suffisamment importante entraîne la transformation martensitique. Ce résultat, obtenu sur une éprouvette de traction, peut s'étendre à une éprouvette de fatigue bien que la sollicitation ne soit pas semblable.

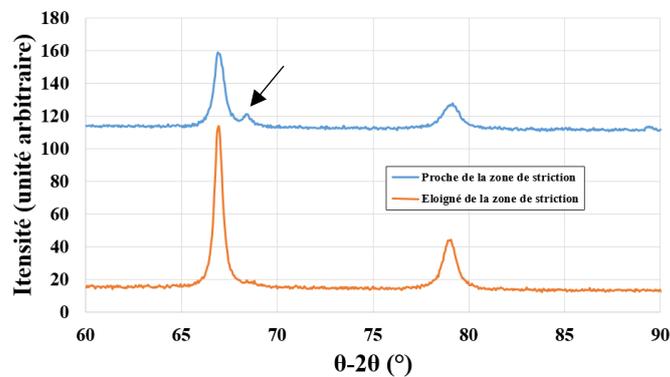


Figure III. 7 : Diffractogramme réalisés sur une éprouvette en acier 316L SLM SMATée rompue à la suite d'un essai de traction.

Cette explication ne permet néanmoins pas d'affirmer que l'origine de la baisse de contraintes résiduelles de compression sur les Figure III. 6 est provoquée par la formation de martensite. Pour s'en assurer, lors des mesures de contraintes résiduelles effectuées, il aurait dû être réalisé des acquisitions de diffractogrammes en même temps. Ces mesures auraient permis de s'assurer de la présence ou non de martensite. Egalement, des mesures de micro-dureté pourraient permettre de constater la présence de martensite en sous-surface. D'autres explications manquent encore, notamment la différence de baisse de contraintes résiduelles suivant les deux directions. Si la transformation martensitique est à l'origine de ces baisses de contraintes résiduelles alors elles devraient être similaires suivant l'axe longitudinal ou transversal sur les Figure III. 6, ce qui n'est pas le cas.

### III.3 Comportement en traction

#### III.3.1 Dispositif expérimental

Les essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une micro-machine de traction développée par la société Deben. Celle-ci se compose, comme le présente la Figure III. 8, d'un boîtier d'alimentation auquel le dispositif de traction est raccordé ainsi que d'un ordinateur équipé d'un logiciel permettant de piloter l'ensemble. Les éprouvettes de traction sont maintenues à l'aide de mors usinés sur leur surface inférieure permettant une bonne accroche avec la surface de l'échantillon. Des goupilles, disposées à la jonction entre la tête des éprouvettes et la longueur utile permet un centrage de cette dernière sur le dispositif. Les vis permettent de compléter le maintien de l'éprouvette afin d'empêcher celle-ci de se mouvoir durant l'essai de traction.

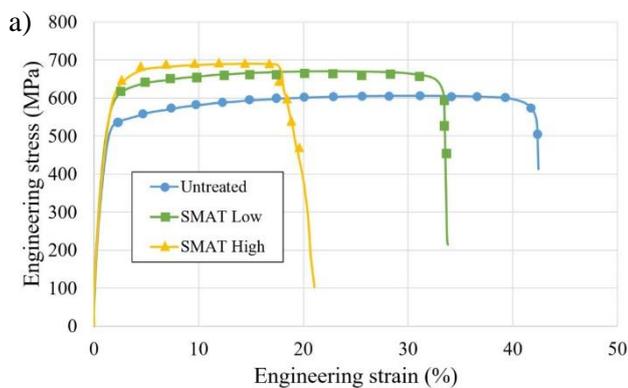


**Figure III. 8 : Dispositif expérimental de l'essai de traction a) vue globale, b) vue détaillée d'un échantillon positionné dans la micro-machine de traction.**

Le protocole expérimental pour chaque éprouvette est le suivant : mise en place de l'éprouvette, blocage de l'éprouvette entre les chevilles par l'ouverture des mâchoires jusqu'à une force de 10N, mise en place des mors puis serrage progressif de chaque vis suivant un motif en croix comme présenté sur la Figure III. 8b. Les essais de traction sont par la suite réalisés à une vitesse de 1.25mm/min jusqu'à rupture de l'échantillon (détection de la chute de la force en-dessous d'une certaine valeur). Les propriétés mécaniques de chaque cas présentées dans cette étude sont le résultat de trois essais de traction.

### III.3.2 Résultats expérimentaux

Les courbes de traction obtenues selon les différentes conditions sont présentées sur la Figure III. 9a avec les propriétés mécaniques relatives à ces courbes sur la Figure III. 9b.



b)

	Untreated	SMAT Low	SMAT High
Fracture Elongation (%)	29±3	22±0.4	16±2
Variation compared to the untreated condition (%)		-24	-45
Yield Strength (MPa)	527±7	599±0.5	624±16
Variation compared to the untreated condition (%)		+14	+18
Ultimate Tensile Strength (MPa)	611±5	669±2	676±13
Variation compared to the untreated condition (%)		+9	+11

**Figure III. 9 : a) Courbes de traction déformation vraie - contrainte vraie, b) Données relatives à ces courbes.**

Les courbes de traction de la Figure III. 9a présente pour chaque condition étudiée un comportement ductile. L'utilisation du traitement SMAT modifie significativement les propriétés mécaniques. Ainsi, plus le traitement SMAT employé est sévère, plus les propriétés mécaniques augmentent, à savoir la limite d'élasticité et la limite en traction. En parallèle de cette augmentation, l'allongement à rupture diminue dans une proportion plus importante. Il convient donc de rappeler de quelle façon la déformation s'opère afin de comprendre ces changements.

La ductilité d'un matériau est conditionnée par la capacité des dislocations de se mouvoir. Lorsque ces dislocations entrent en interaction avec un obstacle (joint de grain, précipité, autres dislocations), leur mouvement en est ralenti et il faut donc plus d'énergie pour franchir cet obstacle. Ce sont ces interactions qui sont à l'origine de l'augmentation progressive de la contrainte lors d'un essai de traction. Plus l'échantillon est déformé, plus les dislocations sont nombreuses et se déplacent.

La différence entre un échantillon brut et SMATé est la quantité de dislocations contenue dans l'échantillon. Le traitement SMAT permet d'en introduire une grande quantité. Le volume de l'échantillon n'ayant pas été modifié, cet apport de nouvelles dislocations va donc nécessairement limiter la mobilité de l'ensemble des dislocations dans l'échantillon et donc par extension, réduire l'allongement global de l'éprouvette.

L'évolution des propriétés mécaniques des tests suivants, à savoir, le recuit, le SMAT puis recuit ainsi que le recuit puis SMAT sont présentés sur la Figure III. 10. Les conclusions précédemment établies dans l'étude des profils de micro-dureté peuvent également être reprises dans ce cas. En effet, pour les cas recuit et SMAT puis recuit les propriétés mécaniques restent inchangées jusqu'à 600°C. Au-delà de cette température, la limite d'élasticité chute accompagnée d'une augmentation de l'allongement. Les propriétés mécaniques sont identiques à 1000 °C, signe que le traitement thermique a complètement effacé l'apport du SMAT. La microstructure cellulaire est ce qui confère à l'acier 316L SLM des propriétés mécaniques élevées tout en conservant une bonne ductilité.

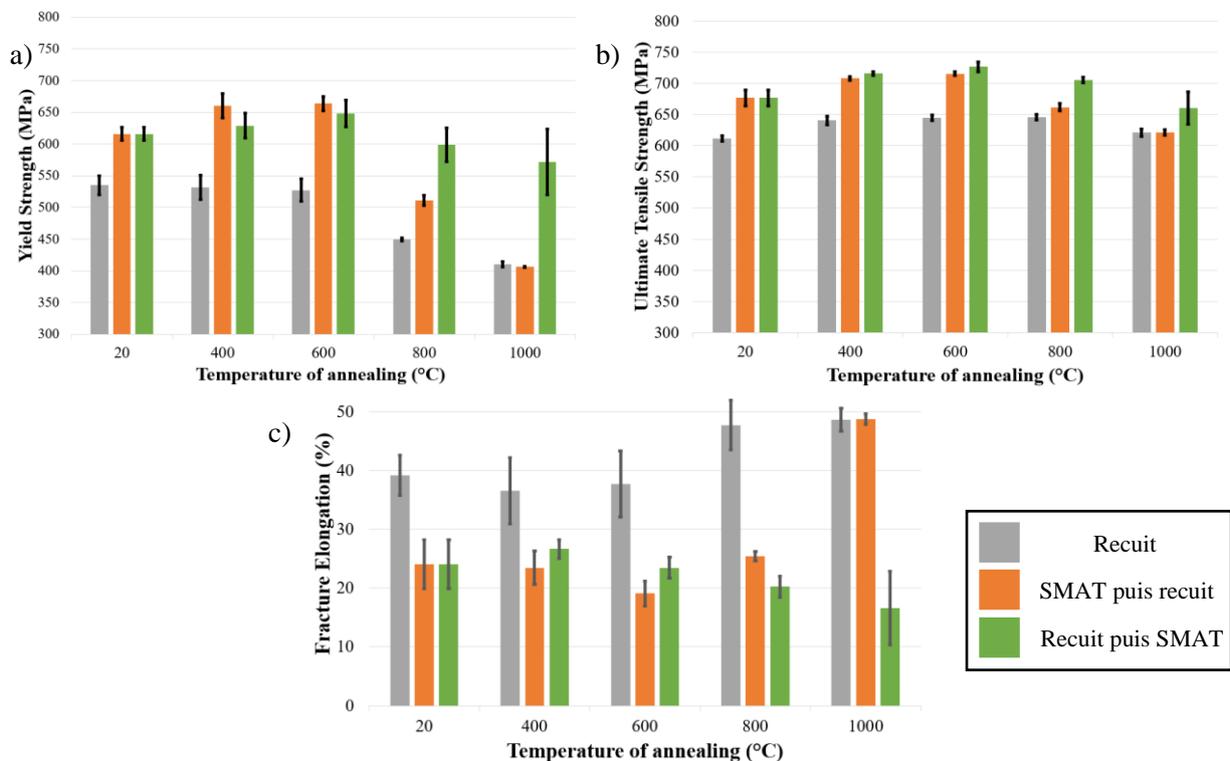
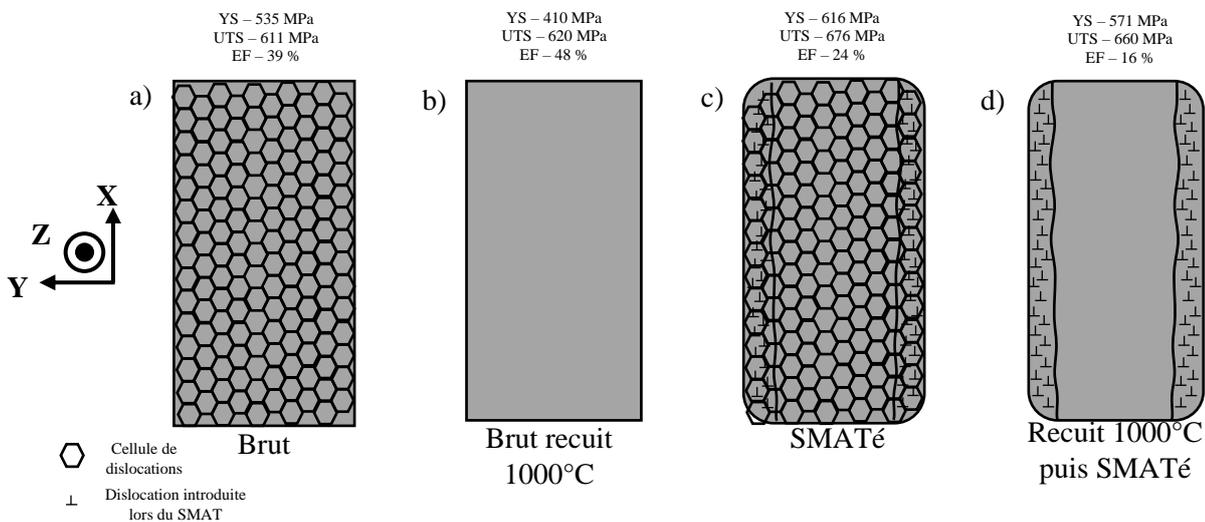


Figure III. 10 : Evolutions des propriétés mécaniques après divers traitements de a) limite d'élasticité, b) limite de traction et c) allongement à rupture.

Le cas recuit puis SMAT présente des propriétés mécaniques presque inchangées, bien qu'une légère diminution de celles-ci soit observée après 600°C. Cette diminution est également causée par la disparition progressive de la microstructure cellulaire.

Un autre point reste à discuter, à savoir, la faible valeur de l'allongement à rupture pour le cas recuit à 1000°C puis SMATé. Cette question se pose du fait de deux observations. La première est que sans recuit spécifique, à température ambiante donc, le traitement SMAT engendre une diminution de 15% de l'allongement. La seconde est qu'après un recuit préalable à 1000°C, ayant pour effet d'augmenter l'allongement jusqu'à une valeur de 48%, le traitement SMAT effectué à la suite de ce traitement thermique diminue cet allongement d'une proportion plus grande encore, plus de 30%. Il aurait pu être attendu une diminution moins brutale de l'allongement après ce recuit à 1000°C de par la première observation.

Pour comprendre ce problème, il faut s'intéresser à quatre cas en particulier, brut, brut recuit à 1000°C, SMATé et pour finir recuit à 1000°C puis SMATé dont la microstructure cellulaire est représentée de manière schématisée sur les Figure III. 11 a, b, c et d respectivement. Les propriétés mécaniques relatives à chaque cas ont également été disposées au-dessus de chaque schéma.



**Figure III. 11 : Schéma de la microstructure observée dans la section d'un échantillon dans le cas a) brut, b) brut recuit 1000°C, c) SMATé et d) Recuit 1000°C puis SMATé.**

Comme expliqué à plusieurs reprises précédemment, la microstructure cellulaire présente dans l'échantillon brut de fabrication SLM (Figure III. 11a) forme un réseau de dislocations enchevêtrées sous forme de cellules qui vont avoir pour effet d'agir sur le mouvement des dislocations lors de la déformation. En effet, ces cellules vont ralentir le mouvement des dislocations responsables de la déformation tout en ne les arrêtant pas complètement, ce qui permet d'obtenir un compromis entre ductilité et contrainte très intéressant. Lorsque cette microstructure particulière n'est plus présente, à la suite d'un traitement thermique à 1000°C notamment (Figure III. 11b), les dislocations peuvent ainsi se mouvoir plus facilement lors d'un essai de traction et par conséquent, la ductilité augmente au détriment de la contrainte qui chute.

L'application du post-traitement de surface SMAT, de par les impacts successifs opérés à la surface de l'échantillon, induit la formation d'un grand nombre de défauts en sous-couche, notamment des dislocations (Figure III. 11c). Alors que l'échantillon brut possédait une densité de dislocations comparable dans tout l'échantillon du fait de la présence de la structure cellulaire, le traitement SMAT augmente fortement cette densité de dislocations en surface. Ainsi, lors de l'essai de traction, la capacité qu'ont les dislocations à se mouvoir est différente entre le centre de l'échantillon et ses surfaces. En effet, la plus grande densité de dislocation en surface limite le déplacement des nouvelles dislocations induites par l'essai de traction. Ainsi, la différence de mobilité des dislocations va se traduire par une baisse de la ductilité au niveau de la surface de l'échantillon. Ce qui induit une baisse de ductilité globale de l'échantillon, diminuant ainsi l'allongement de l'éprouvette par rapport à l'état brut.

En utilisant une éprouvette préalablement recuite à 1000°C, et donc ne présentant pas de microstructure cellulaire, le traitement SMAT va avoir le même effet (Figure III. 11d). Les sous-couches de l'échantillon présentant une densité de dislocations bien supérieure par rapport au centre vont être néfastes pour la ductilité de l'ensemble de la section. Ainsi, l'allongement de l'éprouvette est réduit dans des proportions similaires, de plus l'absence de la microstructure cellulaire induit une diminution sur la limite d'élasticité.

Ainsi, le traitement SMAT induit une hétérogénéité de défauts dans l'échantillon, avec une densité de dislocations plus importante en surface qu'au centre des échantillons. Cette hétérogénéité de densité de

dislocations, a un impact néfaste sur la ductilité de l'ensemble de l'échantillon. Cette explication permet de comprendre pourquoi les conditions recuit puis SMATé possèdent un allongement à rupture similaire avec le cas SMATé seul. En effet, quel que soit l'état de dégradation de la microstructure cellulaire dans l'échantillon recuit, les conséquences de l'application du SMAT sont les mêmes. Les sous-couches des échantillons recuits puis SMATés limitent la ductilité totale des échantillons, la densité de dislocations en sous-couches des échantillons recuits puis SMATés étant similaires.

Les différentes propriétés mécaniques étudiées sur la Figure III. 10 traduisent une réponse différente de l'acier à la déformation, justifiée précédemment par sa microstructure. Ces différentes réponses, quantifiées par les propriétés mécaniques décrites précédemment sont contrôlées par la capacité du matériau à s'écrouir durant la déformation. Cette même capacité peut se traduire par le coefficient d'écrouissage  $n$ . La variation de l'écrouissage s'observe lorsque les courbes de traction sont superposées à partir de l'entrée de l'essai de traction dans la zone plastique, comme l'illustre la Figure III. 12.

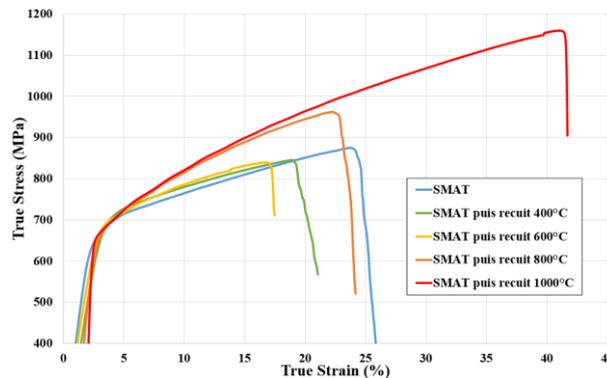


Figure III. 12 : Superposition des courbes de traction des cas SMATés puis recuits.

La pente de la courbe de traction dans la zone plastique évolue suivant le recuit employé après le traitement SMAT. Cette pente traduit la capacité du métal à s'écrouir : plus cette pente tend à être horizontale, moins le métal s'écrouit. Au contraire, plus la pente augmente, plus le métal s'écrouit. Chacune de ces pentes est caractérisée par le coefficient d'écrouissage  $n$ . La partie plastique de chaque courbe peut ainsi être décrite par l'équation de Hollomon (Kleemola and Nieminen, 1974) :

$$\sigma = K\varepsilon^n \quad \text{III. 1}$$

où  $K$  et  $n$  correspondent à une constante et au coefficient d'écrouissage respectivement. En utilisant le logarithme de cette même équation, le coefficient  $n$  n'est autre que la pente de la courbe  $\log(\sigma)=f(\log(\varepsilon))$ . La Figure III. 13 représente l'évolution du coefficient  $n$  suivant la température du recuit employé. Il apparaît que le coefficient d'écrouissage reflète les propriétés mécaniques des Figure III. 10a à c. En effet, le coefficient  $n$  augmente après 600°C dans les cas recuit ainsi que SMATé suivi d'un recuit. La densité de dislocations diminuant dans l'échantillon à la suite d'un traitement thermique, ce même échantillon voit donc sa capacité de stockage des dislocations augmenter. Cela permet donc à l'échantillon de s'écrouir plus, ce qui explique l'augmentation du coefficient d'écrouissage pour les cas recuit ainsi que SMATé puis recuit. Pour le cas recuit puis SMATé, le coefficient d'écrouissage ne varie pas significativement. En effet, comme le traitement SMAT est effectué à la suite du traitement thermique, la densité de dislocations en sous-couche est la même pour tous les échantillons de la condition recuit puis SMATé. Ainsi, la capacité des échantillons à s'écrouir est la même, ce qui explique que le coefficient de varie pas pour cette condition.

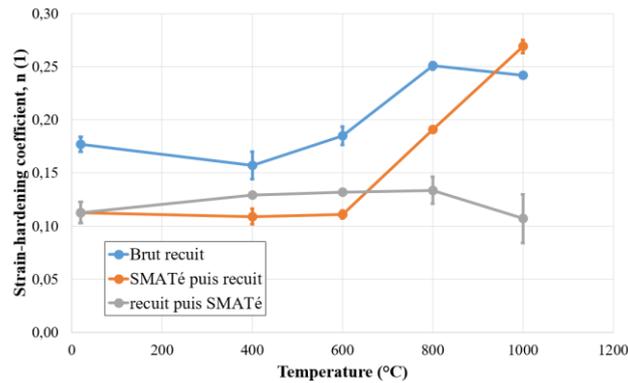


Figure III. 13 : Evolution du coefficient d'érouissage en fonction de la température.

Pour obtenir plus d'informations sur la capacité d'un échantillon à s'érouir, il faut étudier le coefficient d'érouissage au cours de la déformation. En effet, le coefficient d'érouissage  $n$  ne renseigne que sur l'érouissage global de l'éprouvette mais ne donne pas de précision sur l'évolution de celui-ci durant l'essai. Le taux d'érouissage,  $\frac{\delta\sigma}{\delta\varepsilon}$ , permet d'observer son évolution. Les Figure III. 14a - d présentent la superposition des courbes de traction obtenues sur des éprouvettes ayant été soumises aux différents traitements étudiés ainsi que la courbe d'évolution du taux d'érouissage correspondante. Le taux d'érouissage donne une information importante sur l'évolution de la contrainte durant l'essai de traction. En effet, plus le taux d'érouissage est élevé, alors plus la contrainte  $\sigma$  augmente lorsque la déformation  $\varepsilon$  augmente. A l'inverse, moins le taux d'érouissage est élevé, moins la contrainte  $\sigma$  augmente lorsque  $\varepsilon$  augmente. Autrement dit, le taux d'érouissage traduit la difficulté à déformer l'échantillon, plus la contrainte pour le déformer est grande alors plus ce taux est grand, et inversement.

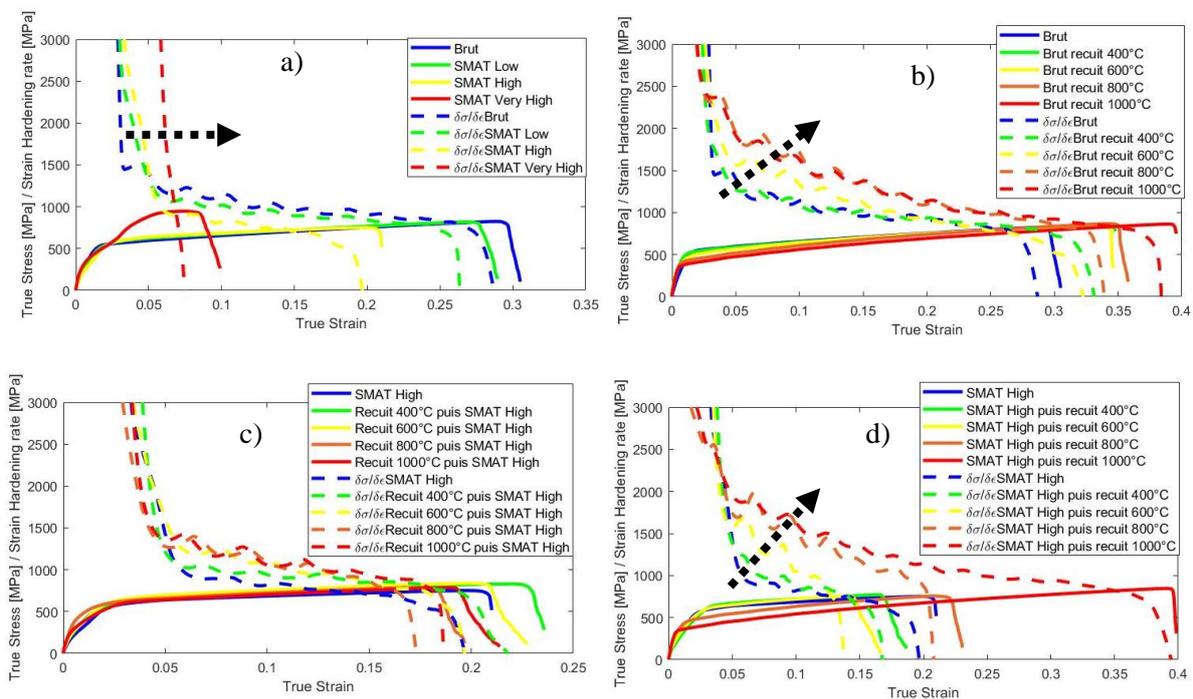


Figure III. 14 : Evolution du taux d'érouissage des échantillons a) SMATés à différentes conditions, b) bruts puis recuits, c) recuits puis SMATés et d) SMATés puis recuits.

L'évolution du taux d'érouissage affichée pour chaque cas est sensiblement différente. En effet, plus le traitement SMAT employé est sévère (Figure III. 14a), plus le taux d'érouissage est élevé en début d'essai. Cela s'explique par le fait que la grande quantité de dislocations introduites dans l'échantillon induit une contrainte  $\sigma$  importante pour déformer l'échantillon, augmentant ainsi en début d'essai le taux

d'écrouissage. De même, au fur et à mesure que l'essai de traction se poursuit, le taux d'écrouissage chute de plus en plus rapidement. Concernant la condition brute sur Figure III. 14a, le taux d'écrouissage décroît lentement pour se stabiliser à une valeur de l'ordre de 1000 MPa durant tout l'essai. Le réseau de cellules de dislocations dans l'acier 316L SLM permet à l'échantillon de s'écrouir de manière homogène au cours de l'essai de traction. L'application du traitement SMAT modifie cette réponse. L'écrouissage s'intensifie en début d'essai puis décroît bien plus rapidement que dans le cas brut. Ainsi au lieu d'avoir un écrouissage réparti tout au long de l'essai de traction, celui-ci va chuter très rapidement, limitant ainsi l'écrouissage par la suite et donc minimisant la ductilité de l'échantillon.

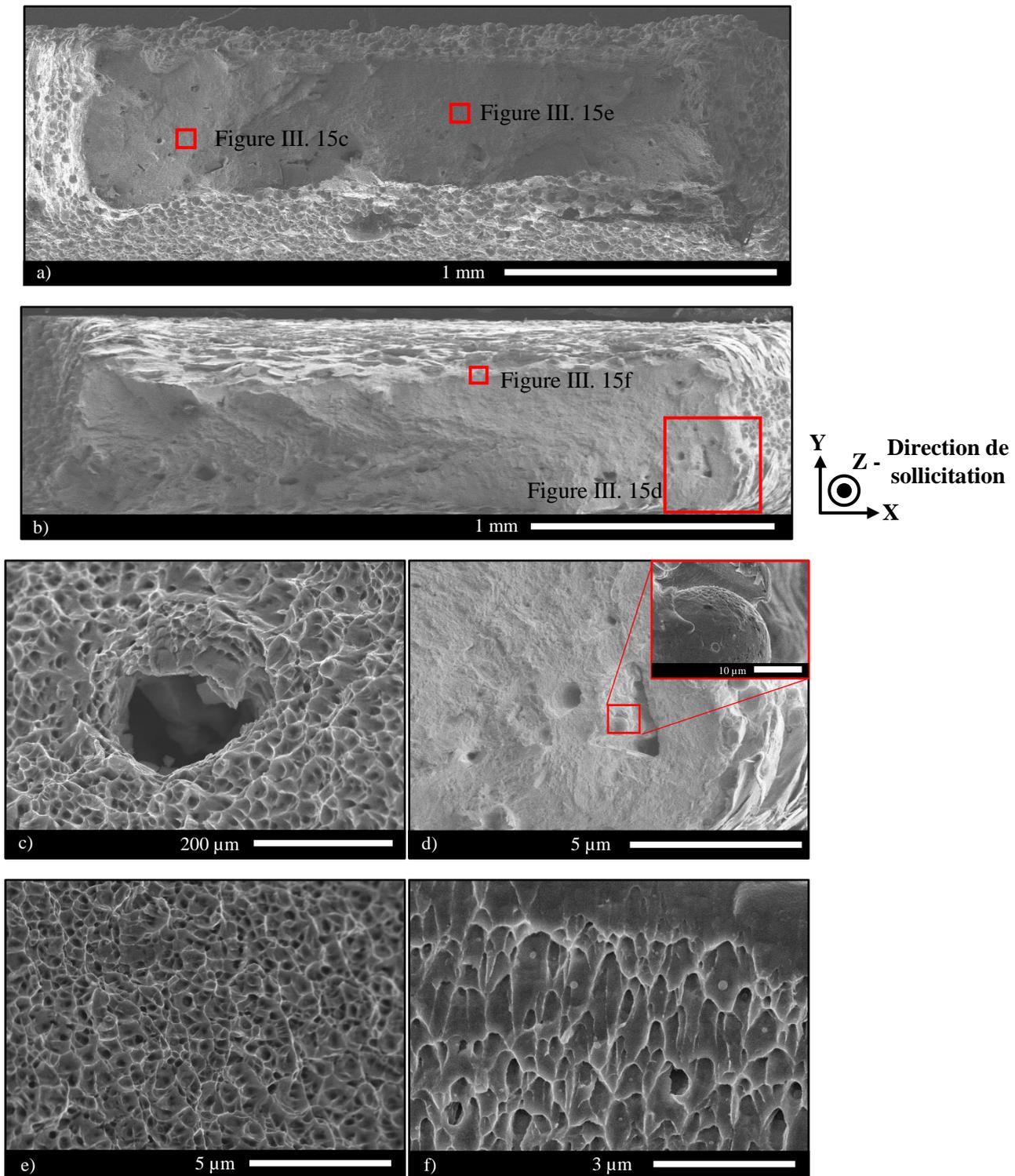
L'application d'un traitement de recuit (Figure III. 14b) modifie l'évolution du taux d'écrouissage. En effet, celui-ci est pour le cas brut stabilisé à une valeur approximative de 1000 MPa. L'application d'un traitement thermique va progressivement modifier l'évolution du taux d'écrouissage. En effet, au fur et à mesure de la disparition de la structure cellulaire de l'acier 316L SLM après un recuit, le taux d'écrouissage ne présente plus une évolution stable au cours de la déformation. L'échantillon en acier 316L SLM recuit à 1000°C présente un taux d'écrouissage qui diminue progressivement au cours de la déformation sans se stabiliser, au contraire du cas brut. Effectuer un traitement thermique avant le traitement SMAT (Figure III. 14c) ne modifie pas l'évolution du taux d'écrouissage. Ainsi, de la même manière que les explications précédentes fournies sur les propriétés mécaniques après les différents traitements, le traitement SMAT affecte identiquement les propriétés mécaniques de l'acier 316L SLM qu'elle que soit la microstructure de l'acier 316L SLM considérée. Pour terminer, effectuer un traitement SMAT suivi d'un traitement thermique (Figure III. 14d) va permettre de récupérer une certaine capacité d'écrouissage suite à la diminution progressive de la densité de dislocations par recuit et donc permettre l'augmentation de l'allongement.

Pour résumer cette section, il a été vu que la microstructure cellulaire de l'acier 316L SLM joue un rôle capital pour les propriétés mécaniques. Ce réseau de cellules composées de dislocations permet à l'acier 316L SLM de présenter une limite d'élasticité élevée tout en conservant un allongement à rupture correct. La microstructure cellulaire joue le rôle de régulateur de la contrainte lors de l'essai de traction, ce qui permet à l'acier 316L SLM d'afficher un taux d'écrouissage stable durant la déformation.

Le traitement thermique impacte progressivement la microstructure cellulaire, jusqu'à complète disparition (à la suite d'un recuit à 1000°C). La disparition progressive des cellules de dislocations induit une diminution des propriétés mécaniques. A l'inverse, le traitement SMAT permet d'introduire une grande quantité de dislocations en sous-couches de l'échantillon. Cette densité de dislocations permet d'augmenter significativement les propriétés mécaniques de l'acier 316L SLM SMATé mais affecte négativement l'allongement à rupture de l'échantillon.

### III.3.3 Faciès de rupture

L'analyse du faciès de rupture permet, d'une part de confirmer le type de comportement obtenu via les courbes de traction et d'observer, d'autre part des défauts récurrents liés à la fabrication additive. Les Figure III. 15a à f présentent les faciès de rupture d'un échantillon brut (Figure III. 15a) et SMATé (Figure III. 15b) obtenus après un essai de traction et plus particulièrement des particules non fondues localisées dans la section (Figure III. 15d) ainsi que des cupules orientées dans des directions différentes (Figure III. 15c, e et f).



**Figure III. 15 :** Différentes zones observées du faciès de rupture des éprouvettes a) brute et b) SMATée de traction présentant c) une porosité, d) des particules non fondues dans la section, e) cupules orientées dans l'axe de l'essai de traction, f) cupules orientées à la perpendiculaire de l'essai de traction.

La Figure III. 15c présente une porosité entourée par des cupules. La Figure III. 15d présente une partie du faciès de rupture dans lequel une particule non fondue est localisée (encadrée en rouge). Cette particule, ainsi que d'autres, sont révélatrices de multiples défauts de fusion induisant une porosité interne affectant les propriétés mécaniques de l'échantillon. En utilisant un grandissement plus important, des cupules sont observées sur toute la surface du faciès de rupture, comme le présente la Figure III. 15e. Ces cupules sont typiques d'un comportement ductile. Il est d'ailleurs à remarquer que

la taille de ces cupules est similaire à la taille de la microstructure cellulaire, de l'ordre de 0.5  $\mu\text{m}$ . Les cupules peuvent également prendre des orientations différentes. La Figure III. 15f présente des cupules orientées perpendiculairement à la direction de sollicitation. Cette image, localisée proche de la limite du faciès de rupture, présente la conséquence de la striction. En effet, les cupules observées au centre du faciès sont orientées dans la direction de sollicitation mais celles proches de la surface de l'échantillon sont orientées différemment, due à la striction ayant déformé l'échantillon.

### III.3.4 Discussion sur les mécanismes de renforcement

L'augmentation significative de la limite d'élasticité est causée par différents facteurs, notamment la taille des grains, la densité de dislocations, les éléments en présence, les inclusions, les macles. Ces différents facteurs agissent chacun comme mécanisme de renforcement. Ce renforcement est effectué par l'entrave du mouvement des dislocations auquel chacun de ces facteurs contribuent, augmentant ainsi la limite d'élasticité. Pour simplifier le calcul, les contributions de ces différents mécanismes s'ajoutent linéairement afin de déterminer la valeur finale de la limite d'élasticité. L'estimation de ces différents facteurs permettent de déterminer théoriquement les valeurs de limite d'élasticité des différents cas étudiés. La Figure III. 16 présente l'évolution de la limite d'élasticité suivant les trois traitements effectués, recuit, SMAT puis recuit et recuit puis SMAT.

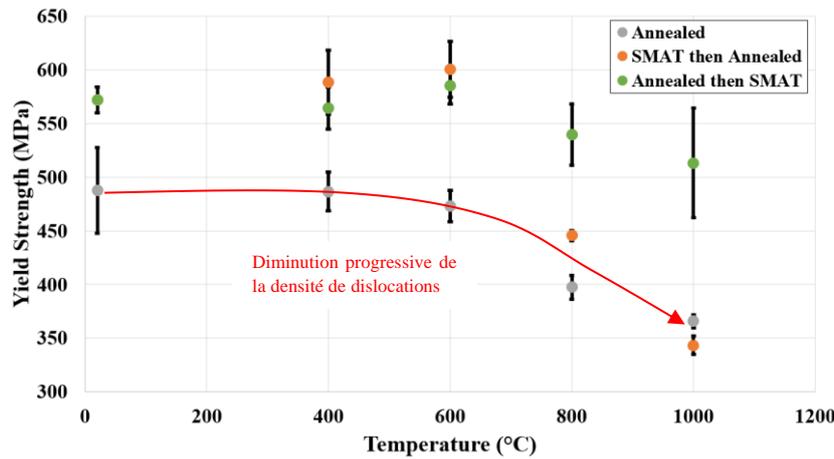


Figure III. 16 : Evolution des propriétés mécaniques en fonction des traitements effectués.

Dans notre cas, trois facteurs seront employés pour expliquer les valeurs de limite d'élasticité de notre acier, à savoir, la contrainte intrinsèque de l'acier  $\Delta\sigma_0$ , la contribution causée par la taille des grains  $\Delta\sigma_G$  et la contribution causée par la densité de dislocations  $\Delta\sigma_\rho$ , se présentant sous la forme :

$$\Delta\sigma_y = \Delta\sigma_0 + \Delta\sigma_G + \Delta\sigma_\rho \quad \text{III. 2}$$

$$\Delta\sigma_y = \Delta\sigma_0 + kd^{-0.5} + M\alpha Gb\sqrt{\rho}$$

où k, d, M,  $\alpha$ , G, b et  $\rho$  sont respectivement un paramètre de Hall-Petch, la taille des grains, le facteur d'orientation, une constante, le module de cisaillement, le vecteur de Burgers et la densité de dislocations. Les valeurs numériques des précédents paramètres k, M,  $\alpha$ , G, b sont extraites de l'article de (Bahl et al., 2019) traitant également de l'acier 316L SLM.

Quant à la valeur de la taille de grains d, il a été vu dans le chapitre précédent via des mesures par EBSD qu'elle est égale à 12  $\mu\text{m}$  pour le cas brut et à 7  $\mu\text{m}$  en sous-couche dans le cas SMATé. La couche nanocristalline n'étant pas prise en compte étant donné son épaisseur ( $< 1 \mu\text{m}$ ).

Concernant la valeur de la densité de dislocations  $\rho$ , il convient de rappeler que dans le chapitre précédent, celle-ci a été calculée suivant deux méthodes différentes dont les résultats sont rassemblés dans le tableau suivant :

### Chapitre III : Etude des propriétés mécaniques

Méthode	Brut		SMATé	
Williamson et Hall	$6.9 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$	345 MPa	$2 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$	588 MPa
MAUD	$0.7 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$	110 MPa	$5.5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$	305 MPa

**Tableau III. 1 : Valeurs de densités de dislocations déterminées suivant deux méthodes ainsi que la contrainte calculée à partir de cette même densité de dislocations.**

Bien que les valeurs inscrites dans le Tableau III. 1 soient très différentes, il est à noter que la littérature présente également des valeurs tout aussi diverses pour un même cas d'étude que constitue l'acier 316L SLM brut de fabrication (sans recuit après fabrication). Par exemple (Bahl et al., 2019) utilisant une méthode nommée convolutional multiple whole profile (CMWP) développée par (Ribárik et al., 2001) déterminent une valeur de densité de dislocations égale à  $6 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ . (Mohd Yusuf et al., 2020) emploie le logiciel MAUD pour déterminer une valeur de  $0.69 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$  et (Yin et al., 2019) utilisent la méthode de Williamson et Hall pour conclure à une densité de dislocations de  $1.14 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ .

Les valeurs de densité de dislocations présentées dans le Tableau III. 1 ne permettent pas de déterminer théoriquement la valeur de la limite d'élasticité des aciers 316L SLM bruts ou SMATés de la Figure III. 16. Les valeurs dans le Tableau III. 1 ne permettent pas d'expliquer théoriquement les valeurs physiques déterminées durant les essais de traction. Le calcul de cette densité de dislocation nécessite d'être affiné et mieux maîtrisé.

Néanmoins, il n'y a pas de doute à affirmer que la densité de dislocations joue un rôle primordial dans la valeur finale de la limite d'élasticité. Comme expliqué au cours de la synthèse bibliographique du premier chapitre, de nombreux auteurs ont désigné les cellules de dislocations comme des grains en y appliquant une formule de type Hall-Petch pour en extraire la contribution à la limite d'élasticité. Les récents travaux de (Bahl et al., 2019) ont contredit ce point en affirmant et prouvant que les dislocations sont le facteur le plus important dans la valeur finale de la limite d'élasticité. En effet, au cours de l'étude microstructurale réalisée dans le chapitre précédent, il a été vu que les grains ne sont pas modifiés, en forme ou en taille, même après un recuit à  $1000^\circ\text{C}$ . La baisse des propriétés mécaniques pour le cas recuit sur la Figure III. 16 s'explique par la diminution progressive de la densité de dislocations étant donné que la taille des grains n'est pas significativement modifiée. De même, après le traitement SMAT, la taille des grains en sous-couche n'est pas modifiée de manière significative d'après les relevés EBSD réalisés au chapitre précédent. La formation d'une couche nanocristalline ne peut pas être le facteur augmentant les propriétés mécaniques étant donné que la couche formée a une épaisseur très faible par rapport à l'épaisseur de l'éprouvette (épaisseur inférieure à  $1 \mu\text{m}$ ). Les valeurs de densité de dislocations déterminées à l'aide des deux méthodes différentes dans le Tableau III. 1 attestent de l'augmentation de cette valeur après SMAT.

Ainsi, il a été vu au cours de cette partie que le traitement SMAT est un traitement particulièrement efficace pour améliorer la qualité de surface des échantillons en acier 316L SLM. A savoir la baisse drastique de rugosité, l'augmentation de la micro-dureté ou l'introduction de contraintes résiduelles de compression. Les propriétés mécaniques en traction sont considérablement améliorées tout en permettant de conserver une ductilité acceptable. L'application du traitement de recuit a également permis de mettre en évidence l'importance de la microstructure cellulaire dans l'échantillon. Dans le chapitre précédent, il avait été vu que cette structure cellulaire disparaissait après un traitement de recuit de  $600^\circ\text{C}$  ou plus. La chute des propriétés mécaniques des échantillons recuits coïncide avec la disparition de la microstructure cellulaire. Le traitement SMAT, appliqué sur des échantillons préalablement recuits, a permis de maintenir les propriétés mécaniques, quelle que soit l'état de la structure cellulaire. Cette amélioration des propriétés mécaniques après SMAT est principalement due à l'introduction d'une grande quantité de dislocations.

A présent que les données expérimentales des essais de traction ont été étudiées, abordons l'étude des propriétés de fatigue de cet acier 316L SLM.

### III.4 Comportement en fatigue en flexion alternée

#### III.4.1 Dispositif expérimental

Les essais expérimentaux ont été menés à l'université d'Oulu, en Finlande. Le dispositif expérimental est présenté en vue globale et détaillée sur les Figure III. 17a et b respectivement. Le dispositif expérimental permet de réaliser des tests de fatigue en flexion alternée. La machine employée est une « Carl Schenck », de fabrication allemande. Une tête de l'éprouvette est maintenue fixe tandis que l'autre partie de l'éprouvette est mise en mouvement suivant une partie mobile ayant son axe de rotation centré sur l'éprouvette. Cette partie mobile est fixée à un moteur via une bielle permettant ainsi le mouvement de rotation induisant la flexion alternée.

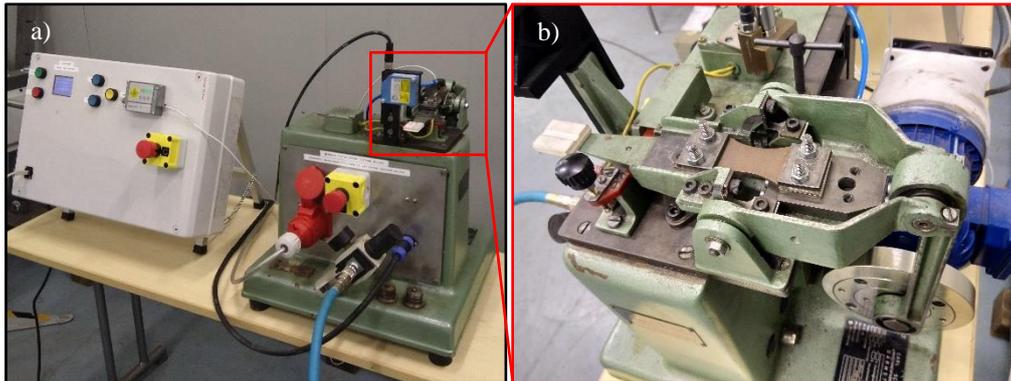


Figure III. 17 : Dispositif expérimental de l'essai de fatigue en flexion alternée a) vue globale, b) vue détaillée.

Afin de déterminer à quel niveau de contrainte les éprouvettes sont sollicitées, une calibration s'impose. Pour estimer ce niveau de contrainte, un capteur optique est utilisé pour déterminer le déplacement de la tête de l'éprouvette. En parallèle, une jauge de déformation est placée au centre de la surface de l'éprouvette. Cette jauge de déformation, dont une image est présentée sur la Figure III. 18a permet de déterminer le déplacement en surface subi lors de la flexion. L'utilisation de la loi de Hooke dans le cas d'un matériau homogène isotrope est utilisée pour déterminer la contrainte en surface. Il est également assumé que la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte induisant une entrée dans le domaine plastique de l'acier étudié. Ainsi, les deux paramètres déterminés, à savoir le déplacement de la tête de l'éprouvette et la contrainte en surface permettent d'établir des courbes du même type que celle présentée en Figure III. 18b. Une seule éprouvette est nécessaire pour réaliser cette courbe, il suffit pour cela de faire varier progressivement l'amplitude de déplacement de la tête de l'éprouvette.

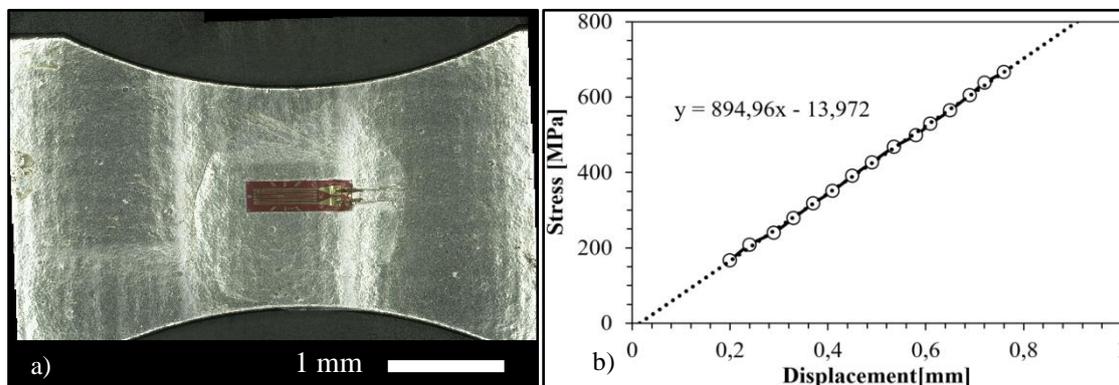


Figure III. 18 : Calibration de la contrainte à imposer durant l'essai avec a) Jauge de déformation localisée au centre géométrique de l'éprouvette de fatigue, b) Exemple d'une courbe de calibration entre déplacement et contrainte (fournie par les collaborateurs de l'Université d'Oulu lors de l'envoi des résultats).

La température en surface des éprouvettes est contrôlée durant l'essai via un capteur de température. Un flux d'air est installé afin de garder la température en surface des éprouvettes entre 21 et 25 °C. Les éprouvettes sont sollicitées à une fréquence de 23 Hz avec un rapport de charge  $R = -1$ .

### III.4.2 Résultats expérimentaux

Les points expérimentaux obtenus après les différents essais sont reportés sur la Figure III. 19. Les données expérimentales de chaque cas étudié sont reportées dans le Tableau III. 2. Après analyse des éprouvettes, chaque point (correspondant à un niveau de contrainte et à un nombre de cycles) a été assigné d'une couleur. Chaque couleur décrit un état mécanique plus ou moins détérioré de l'éprouvette. La couleur rouge correspond à une éprouvette rompue, bleu à une éprouvette non rompue présentant des fissurations externes et verte pour une éprouvette ne présentant pas de signe de détérioration. Ces dernières éprouvettes sont par ailleurs accompagnées d'une flèche de couleur bleu clair signifiant que l'essai a été volontairement interrompu à 2 millions de cycles alors que l'éprouvette n'était pas rompue.

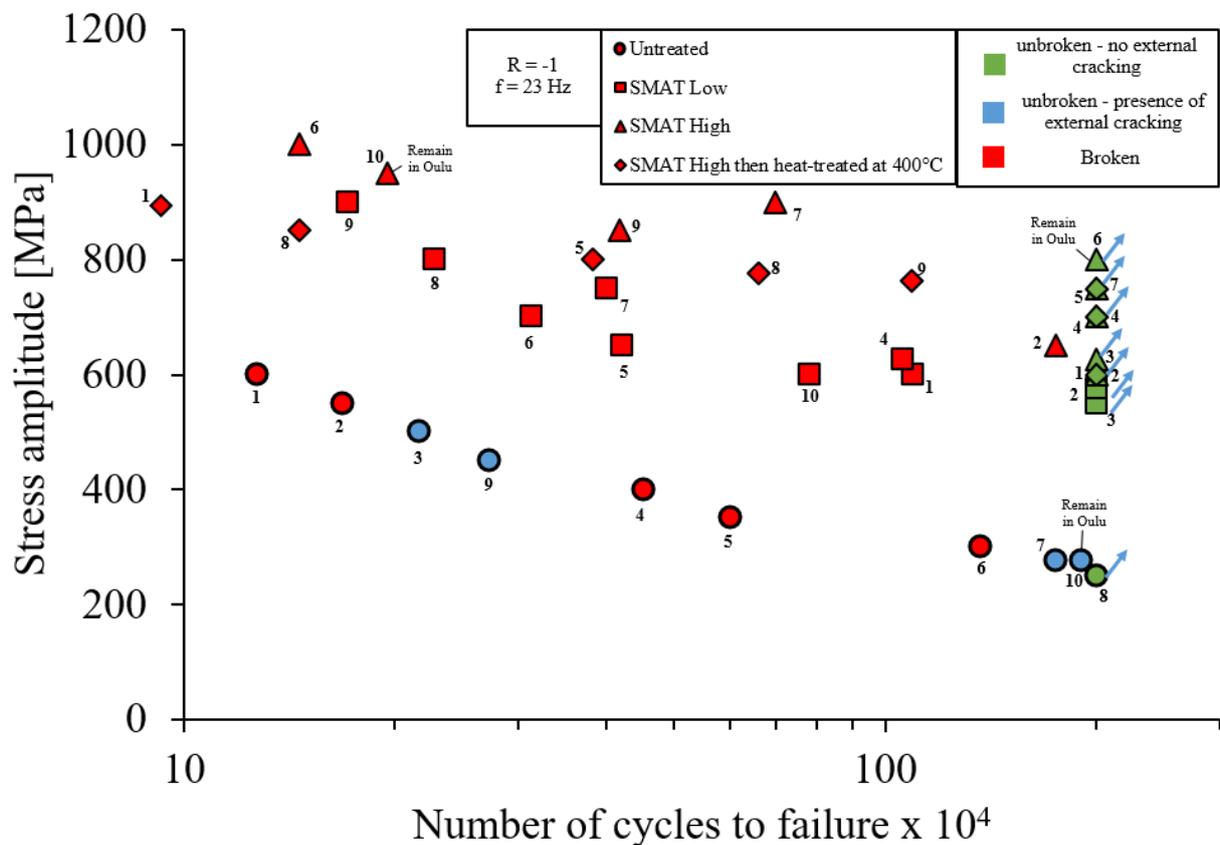


Figure III. 19 : Courbes de fatigue S-N pour les éprouvettes brutes, SMAT Low, SMAT High et SMAT High puis recuites à 400°C.

Condition	Numéro d'éprouvettes	Amplitude de sollicitation (MPa)	Nombres de cycles	Condition	Numéro d'éprouvettes	Amplitude de sollicitation (MPa)	Nombres de cycles
Untreated	1	600	1,27E+05	SMAT Low	1	600	1,10E+06
	2	550	1,68E+05		2	550	2,00E+06
	3	500	2,17E+05		3	575	2,00E+06
	4	400	4,51E+05		4	625	1,06E+06
	5	350	6,00E+05		5	650	4,22E+05
	6	300	1,37E+06		6	700	3,13E+05
	7	275	1,75E+06		7	750	4,01E+05
	8	250	2,00E+06		8	800	2,28E+05
	9	450	2,73E+05		9	900	1,72E+05
	10	275	1,91E+06		10	600	7,82E+05
SMAT High	1	600	2,00E+06	SMAT High then HT (400°C)	1	900	9,30E+04
	2	650	1,76E+06		2	600	2,00E+06
	3	625	2,00E+06		4	700	2,00E+06
	4	700	2,00E+06		5	800	3,84E+05
	5	750	2,00E+06		6	850	1,46E+05
	6	800	2,00E+06		7	750	2,00E+06
	7	900	6,99E+05		8	775	6,59E+05
	8	1000	1,46E+05		9	762,5	1,09E+06
	9	850	4,17E+05				
	10	950	1,95E+05				

Tableau III. 2 : Données expérimentales des essais de fatigue en flexion alternée de la Figure III. 19.

La limite d'endurance de chaque condition est calculée à partir des données expérimentales des courbes S-N de la Figure III. 19 en utilisant l'équation puissance suivante :

$$Limite\ d'endurance = \left(\frac{\hat{C}}{N_f}\right)^{1/m} \quad \text{III. 3}$$

où,  $N_f$ ,  $m$  et  $\hat{C}$  correspondent respectivement à la limite du nombre de cycle maximum (ici égale à 2 millions de cycles), à une constante (correspondante à la pente de la courbe de fatigue) et à la moyenne logarithmique de l'équation de Basquin C :

$$C = \Delta\sigma^m * N \quad \text{III. 4}$$

où  $\Delta\sigma$  et  $N$  correspondent respectivement à l'amplitude de contrainte appliquée et au nombre de cycles à rupture.

Pour déterminer la limite d'endurance d'une condition, la pente de la courbe de fatigue de cette condition est déterminée sur la Figure III. 19. Ensuite, l'équation III. 4 est appliquée à chacun des points expérimentaux de la condition étudiée.  $\hat{C}$  est ensuite déterminée en calculant la moyenne du logarithme des valeurs précédemment obtenus avec l'équation III. 4. La limite de fatigue est ensuite calculée à l'aide de l'équation III. 3.

Ainsi, les valeurs de limite d'endurance obtenues dans les conditions présentées sur la Figure III. 19 sont présentées dans le Tableau III. 3.

Condition	Brute	SMAT Low	SMAT High	SMAT High puis recuit 400°C	316L conventionnel (Uusitalo et al., 2009)
Limite d'endurance (MPa)	260	520	660	730	300
Variation (%)	-	100	150	188	-

Tableau III. 3 : Valeurs de limite d'endurance pour les cas brut, SMAT Low, SMAT High et SMAT High puis recuit à 400°C dans le cas d'une sollicitation en fatigue en flexion alternée. Une comparaison avec un acier 316L conventionnel est également faite.

La limite d'endurance initiale des éprouvettes en acier 316L réalisées par SLM s'établit à 260 MPa. Il apparaît également que la limite d'endurance pour un acier 316L conventionnel dans les mêmes conditions de sollicitation est légèrement plus élevée (Uusitalo et al., 2009). Le traitement SMAT Low et High permet d'augmenter cette limite d'endurance de 100 % et 150% respectivement, atteignant des valeurs égales à 520 MPa et 660 MPa respectivement. De plus, une condition supplémentaire au cours de laquelle un traitement de recuit à 400°C après un traitement SMAT High montre une amélioration supplémentaire de la limite d'endurance. Une précision est à apporter sur la valeur de la limite d'endurance obtenue pour les éprouvettes. Ces valeurs sont dépendantes du module d'Young employé pour le calcul de la limite d'endurance. Le module d'Young employé dans cette étude est de 190 GPa, étant égal au module d'Young de l'acier 316L conventionnel (Essa et al., 2018). Le module d'Young déterminé à partir des courbes de traction de la Figure III. 9a est évalué à 34 GPa. Cette dernière valeur ne peut représenter fidèlement le module d'Young. En effet, la mesure du module d'Young doit être faite avec précision. Lors de la réalisation des essais de traction, aucun capteur de déformation n'a été employé pour déterminer l'allongement de la longueur utile. Seul un capteur de déplacement interne à la micro-machine de traction Deben est utilisé pour obtenir l'allongement de l'éprouvette.

Cela ne signifie pas que le module d'Young ne peut pas être différent de 190 GPa. En effet, un module d'Young plus faible a été observé dans le cas d'un acier 316L SLM par rapport à un conventionnel (Röttger et al., 2020). L'orientation de fabrication des échantillons produits par SLM montrent également une variation de plus de 50% du module d'Young (Hitzler et al., 2017). La densité des échantillons SLM est également un facteur impactant le module d'Young. En effet, le lien entre porosité et module d'Young a pu être établi (Lavery et al., 2017). La littérature présente aussi des valeurs de module d'Young d'une valeur plus grande que 300 GPa (Gong et al., 2019) ou bien même de 3 GPa ou 14 GPa. Ces deux dernières valeurs sont expliquées par les auteurs comme étant le fait de la réduction de la force de liaisons entre les atomes. Néanmoins, il est à noter que le taux de porosité des éprouvettes présentant les deux valeurs précédentes de module d'Young est supérieure à 10% ou égale à 1% respectivement (Lu et al., 2020). La conduite même des tests de traction est un facteur à prendre en considération pour obtenir des valeurs de module d'Young correctes (Lord and Morrell, 2010).

Au-delà de la question du module d'Young, il apparaît que le traitement SMAT est donc un moyen particulièrement efficace pour augmenter la limite d'endurance des échantillons produits par SLM. Plusieurs facteurs permettent d'expliquer cette augmentation :

- L'état de surface des éprouvettes produites par SLM est souvent médiocre (voir Figure III. 1). Le traitement SMAT permet d'atteindre des valeurs de rugosité très faible. Cela permet donc de limiter l'impact néfaste de la rugosité lors de la sollicitation en fatigue. En effet, il est établi qu'une forte rugosité fait apparaître des zones de concentration de contrainte amenant à des/une fissuration(s) précoce(s) lors de sollicitations en fatigue.
- L'écroutissage en surface, se traduisant d'une part par l'augmentation de la micro-dureté (Figure III. 2) ainsi que par l'introduction de contraintes résiduelles de compression (Figure III. 6). Cet écroutissage va avoir pour effet de diminuer la vitesse de propagation de la fissure dans l'épaisseur de l'échantillon depuis la surface. Ainsi, il est plus difficile pour la fissure de se propager au sein de l'éprouvette, du moins, en sous surface.
- La fermeture des porosités en sous-couche. En effet il a été constaté que le traitement SMAT avait pour effet de diminuer la fraction volumique des porosités proches de la surface. Ces dernières peuvent avoir un rôle de concentration de contrainte lors de la sollicitation et donc mener à une initiation prématurée d'une fissure.
- La sollicitation en flexion. En effet, la sollicitation de fatigue opérée est du type flexion alternée. Ce type de sollicitation maximise le niveau de contrainte en surface. Ainsi, comme le post-traitement mécanique utilisé est un traitement visant à améliorer spécifiquement la surface de l'échantillon, les effets bénéfiques du traitement SMAT sont exacerbés, expliquant cette augmentation significative de la limite d'endurance.

Au-delà de ces différentes contributions, il convient d'étudier de quelles manières la fissuration s'est opérée. La façon dont la fissure s'initie et se propage en surface ainsi que dans l'épaisseur de l'échantillon peut également permettre d'expliquer l'augmentation de la limite d'endurance dans le cas SMATé.

Comme présenté sur la Figure III. 19, certaines éprouvettes brutes n'ont pas complètement rompu au bout de 2 millions de cycles. Cela permettra d'observer la fissuration en surface pour en déduire la manière dont la fissure s'amorce puis se propage.

### III.4.3 Initiation de fissures

Certaines éprouvettes brutes ne se sont pas complètement rompues, à savoir les numéros 3, 7, 9 et 10 sur la Figure III. 19. L'analyse de la surface de ces éprouvettes va permettre de déterminer de quelle façon les fissures apparaissent et se propagent.

Les Figure III. 20 présentent les images prises au microscope numérique de l'éprouvette brute numéro 3 selon les flancs de l'éprouvette (c et d) ainsi que des deux surfaces (e et f). Les schémas sur la Figure III. 20a et b permettent de mieux visualiser les zones d'analyse. Il apparaît que la sollicitation imposée à 500 MPa a pour résultat la formation de fissures en surface. Comme les fissures observées ne proviennent pas de la même zone d'amorçage, les fissures ont été encadrées de rectangles pointillés colorés permettant de discerner quelles fissures sont observées sur les images des Figure III. 20 c, d, e et f.

Il apparaît donc d'une part sur les flancs de l'éprouvette que des fissures se sont développées à travers toute l'épaisseur. Ces mêmes fissures (verte et rouge) ont ainsi pu se propager sur la surface des éprouvettes indépendamment l'une de l'autre. Néanmoins, ces fissures ne se sont pas rejointes, ce qui aurait entraîné la ruine complète de l'éprouvette.

Une analyse similaire a été effectuée sur les autres éprouvettes brutes non rompues (7, 9 et 10). Il est constaté, dans tous les cas, un début de fissuration suivant les flancs de l'éprouvette.

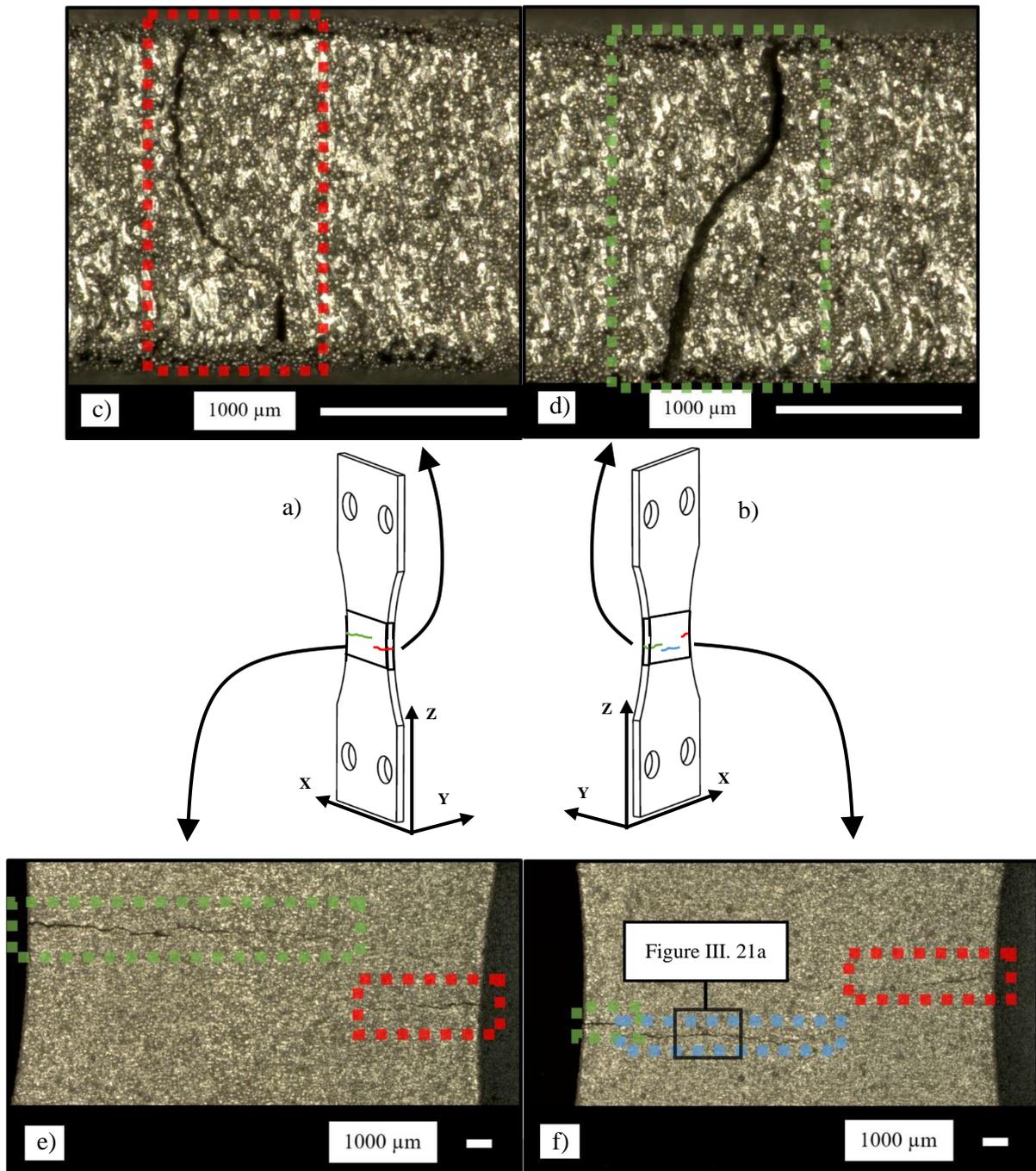


Figure III. 20 : a) et b) Schémas de l'éprouvette de fatigue brute numéro 3 permettant de visualiser les zones d'analyse des Figure III. 20c, d, e et f. Images de l'état de surface de l'éprouvette brute numéro 3 (sollicitée à 500 MPa, voir Figure III. 19) suivant les deux flancs (c et d) et les deux surfaces (e et f). Les rectangles de couleurs indiquent la présence d'une fissure, une couleur est associée à une fissure. Ainsi, des rectangles de même couleur sur des images différentes indiquent qu'il s'agit de la même fissure, observée différemment sur l'éprouvette.

La fissuration s'initie dans un premier temps sur les flancs des éprouvettes, et ce, indépendamment d'un côté ou de l'autre. Cette constatation est cohérente avec le type de sollicitation employé ainsi que la forme de l'éprouvette. Comme il a déjà été évoqué, la sollicitation en flexion impose une contrainte maximale à la surface de l'éprouvette et parallèlement à cela, les flancs de l'éprouvette forment avec la surface un angle droit, ce qui constitue une zone de concentration de contrainte. Ainsi, il apparaît naturel que des fissures se développent préférentiellement sur les flancs de l'éprouvette.

En étudiant plus précisément la surface des éprouvettes, il apparaît que certaines fissures ne sont pas reliées à celles ayant été initiées sur les flancs. Cela signifie donc que l'initiation de ces fissures a une

origine différente de celles présentes sur les flancs de l'éprouvette. La Figure III. 20f présente une fissure encadrée en bleu signifiant qu'elle n'a pas pour origine les deux fissures provenant des flancs (encadrées en rouge et vert sur la Figure III. 20f). La Figure III. 21a présente l'agrandissement de la zone encadrée sur la Figure III. 20f où il est identifié une particule partiellement fondue en surface d'une taille importante (aux alentours de 120  $\mu\text{m}$  de diamètre). La singularité de cette particule est également identifiée en effectuant un relevé 3D de la zone présentée sur la Figure III. 21b. Ainsi, par rapport à la surface globale, la particule affiche une hauteur conséquente (équivalente à 100  $\mu\text{m}$ ).

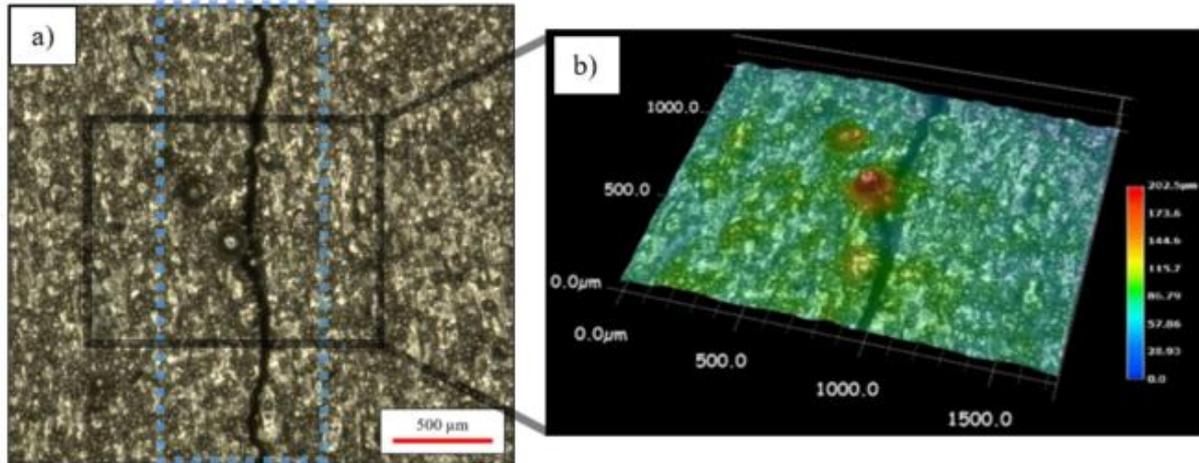


Figure III. 21 : a) Agrandissement de la zone encadrée sur la Figure III. 20, b) Représentation 3D de la zone encadrée en a).

Des particules de taille importante sont ainsi à l'origine d'une initiation directement en surface. Bien que la fissure ait déjà pu se propager en surface sur une longueur non négligeable, cela ne permet pas d'attester formellement que la zone observée sur la Figure III. 21a corresponde à la zone d'amorçage. Or, une observation similaire a pu être réalisée sur une autre éprouvette brute non rompue, ce qui tend à confirmer le fait que ces particules sont à l'origine d'un début précoce de fissuration.

Ces défauts de fabrication caractérisés par des particules partiellement fondues d'un diamètre important (pour rappel, la distribution granulométrique de la poudre indique que 10% de particules ont une taille supérieure à 55  $\mu\text{m}$ ) sont peu nombreux mais jouent un rôle crucial dans la fissuration en surface. En effet, comme vu précédemment, ces particules vont être le lieu d'une concentration de contrainte, permettant ainsi l'amorçage de fissure directement en surface de l'échantillon.

La présence de fissures en surface influence, indépendamment de la durée de vie globale, le trajet des autres fissures et particulièrement celles initiées sur les flancs de l'éprouvette (voir Figure III. 20c et d). Pour visualiser cette influence, la longueur de la fissure ainsi que l'angle qu'elle forme avec l'axe transversal ont été déterminés pour chaque éprouvette de fatigue. La Figure III. 22a présente un exemple de mesure. Une fois que ces valeurs ont été relevées pour toutes les éprouvettes rompues, celles-ci sont disposées dans un graphique, présenté sur la Figure III. 22b.

Dans cette figure, l'axe des abscisses correspond à la longueur de la fissure. Plus cette valeur augmente, plus la fissure s'éloigne du centre géométrique de l'éprouvette, égale à 20 mm. L'axe des ordonnées correspond à la valeur de l'angle que la fissure forme avec l'axe transversal. Plus la valeur de l'angle augmente, plus la fissure tend à avoir une trajectoire oblique par rapport à l'axe transversal. Les échantillons bruts présentent les valeurs d'angles entre les fissures et l'axe transversal les plus élevées, signifiant donc que le parcours de la fissure n'est pas parallèle à l'axe transversal mais a tendance à dévier. Au contraire, les échantillons SMATés Low ou High présentent des fissures presque parallèles à l'axe transversal (hormis un cas dans pour la condition SMAT High présentant un angle supérieur à 4°).

La tendance pour les échantillons bruts à présenter une fissuration déviant de l'axe transversal s'explique par les observations précédentes. En effet, la surface très cahotique des échantillons bruts augmente considérablement la probabilité de présenter des défauts superficiels de fabrication caractérisés notamment par des particules partiellement fondues d'une taille suffisamment importante pour être générateur de concentration de contrainte. Des fissures en surface s'amorcent via ces singularités et influencent, au fur et à mesure de la sollicitation, la trajectoire des fissures ayant débutées sur les flancs de l'éprouvette. Ainsi cela explique pourquoi les échantillons bruts présentent des fissures désaxées par rapport à l'axe transversal, au contraire des cas SMATés, à la surface desquels ces défauts ont été supprimés via le traitement.

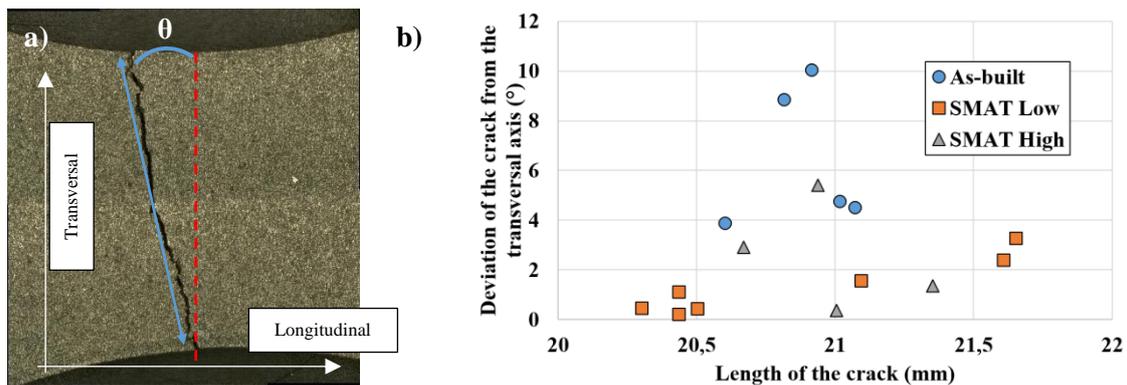


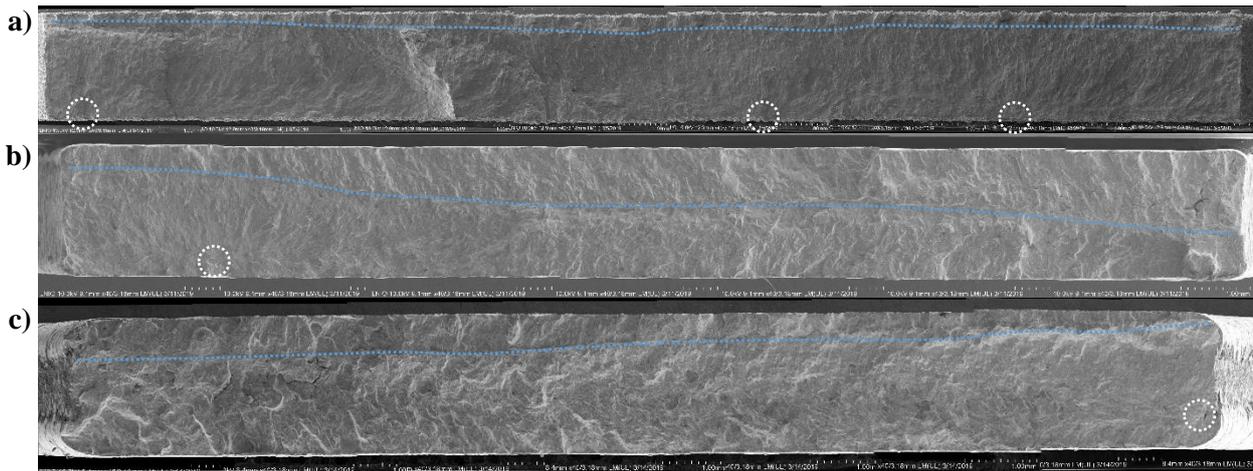
Figure III. 22 : a) Exemple du relevé de la distance et de l'angle par rapport à l'axe transversal d'une fissure, b) Longueur de la fissure suivant l'axe transversal par rapport à l'axe longitudinal des éprouvettes sollicitées ayant rompues (voir Figure III. 19).

Dans le cas d'une sollicitation en fatigue en flexion alternée, les éprouvettes brutes en acier 316L réalisées par SLM présentent un amorçage à partir de chaque flanc de l'éprouvette. De plus, la mauvaise qualité de surface induit une formation supplémentaire de fissures. Ces nouvelles fissures vont être à l'origine d'une propagation plus rapide ainsi que d'une diminution de la durée de vie des éprouvettes. L'application du post-traitement SMAT permet d'obtenir un état de surface moins rugueux et plus uniforme, supprimant ainsi l'initiation éventuelle de fissures en surface.

A présent que la fissuration en surface a été constatée, l'observation des faciès de rupture des éprouvettes rompues va permettre de mettre en évidence la ou les zones à partir desquelles les éprouvettes ont démarré leurs ruptures.

#### III.4.4 Faciès de rupture

Afin d'identifier les causes de la rupture des échantillons au cours de la sollicitation, il est judicieux d'observer de manière globale les faciès de rupture. Les Figure III. 23 présentent un faciès de rupture reconstruit à partir d'une succession d'images MEB suivant trois conditions de l'étude (Brute, SMAT Low et SMAT High). L'observation des faciès de rupture va donc permettre d'identifier les zones d'intérêt pour une analyse plus spécifique des zones d'amorçage ainsi que pour déterminer la manière dont la propagation de(s) fissure(s) s'exécute(nt) dans la section des échantillons.

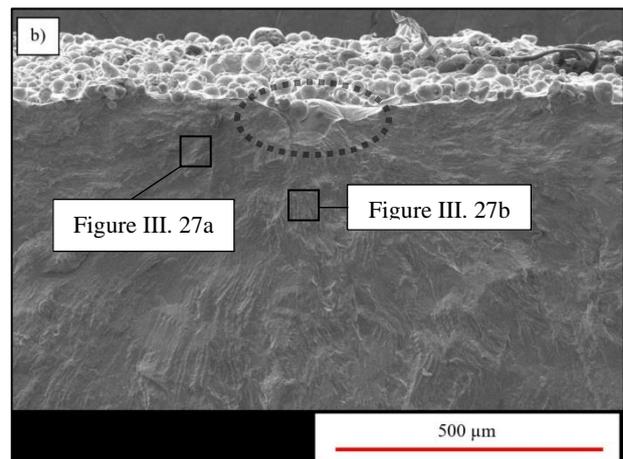
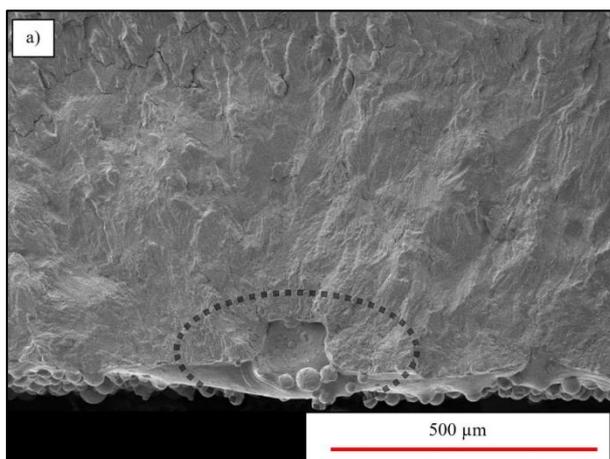


**Figure III. 23 :** Faciès de rupture complet de l'échantillon a) Brut 5 (350 MPa), b) SMAT Low 5 (650 MPa) et c) SMAT High 2 (650 MPa). Les cercles en pointillés blancs symbolisent la présence d'un défaut. La définition de la ligne pointillée bleue est à retrouver sur la Figure III. 29.

Sur les images présentées dans les Figure III. 23 a à c, il est possible de localiser des sites d'amorçage (entourés en pointillés blancs). Les zones entourant ces différents sites présentent la caractéristique classique du développement de fissure, à savoir la présence de lignes convergentes vers le site d'amorçage.

Les Figure III. 24 présentent deux exemples de défauts localisés sur chacune des conditions étudiées (Brute, SMAT Low et SMAT High). Il apparaît que les défauts ayant amorcé la fissuration sont de différents types suivant les conditions étudiées. En effet, pour le cas brut, les défauts sont liés à la mauvaise qualité de surface. La forte rugosité entraîne l'apparition de creux et de pics à la surface de l'échantillon. Certains de ces pics ou creux peuvent prendre des proportions importantes (comme présenté sur la Figure III. 21b) entraînant ainsi une concentration de contrainte amenant à la plastification précoce de cette zone et donc à un amorçage de la fissuration.

Pour les cas SMATés, au contraire, aucun défaut lié à la surface des échantillons n'est détecté. Les défauts sont d'un autre type, ceux-ci sont situés dans la section de l'échantillon et sont le résultat de défauts de fusion, liés à un manque de fusion (Figure III. 24e) ou caractérisés par la formation de porosité (Figure III. 24c).



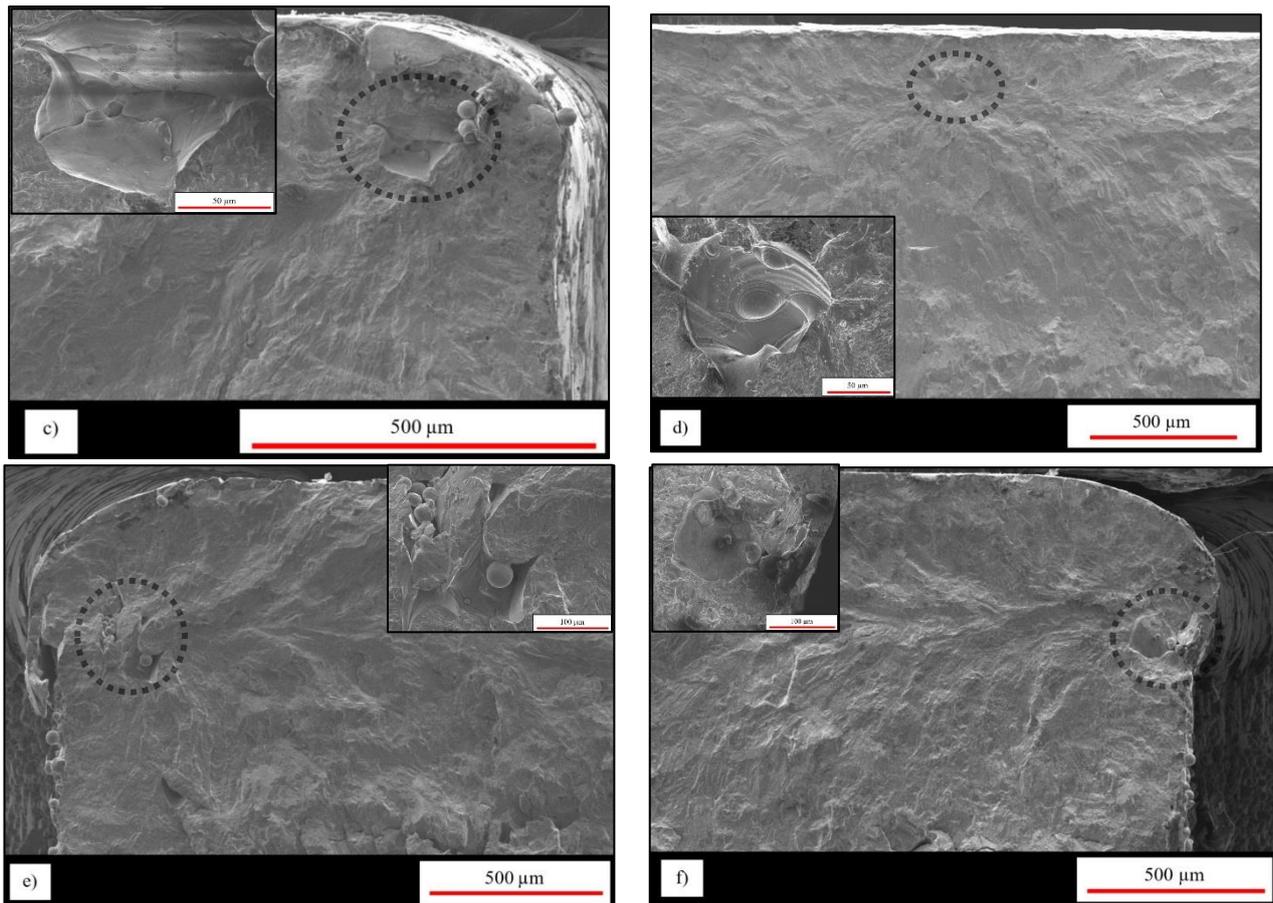


Figure III. 24 : Image MEB des défauts ayant amorcé la fissuration dans le cas a) Brut 1 (600 MPa), b) Brut 5 (350 MPa), c) SMAT Low 8 (800 MPa), d) SMAT Low 5 (650 MPa) SMAT High 9 (850 MPa), f) SMAT High 7 (90 MPa).

Pour confirmer que ces exemples caractérisent le type de défauts détecté sur ces échantillons, une représentation schématique permettant de condenser la localisation des défauts relevés sur chacune des éprouvettes est présentée sur la Figure III. 25. Cette représentation n'est faite que sur un quart d'une section d'éprouvette car aucune surface n'a été prise comme référence que ce soit lors de la fabrication des éprouvettes ou lors de leur sollicitation, de ce fait, il n'y a pas d'intérêt à réaliser ce schéma sur une section complète.

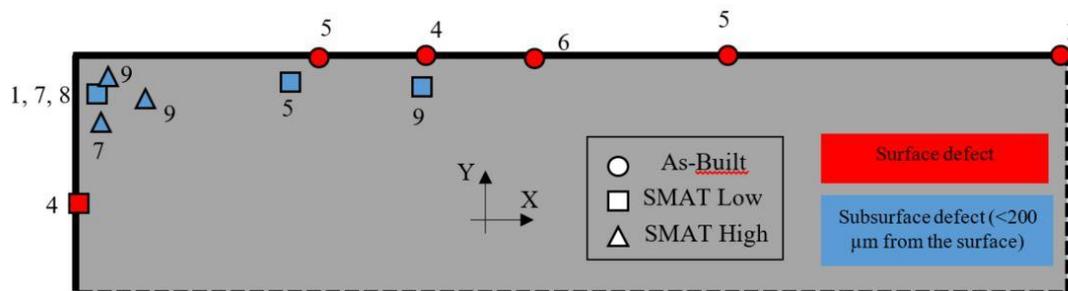


Figure III. 25 : Représentation schématique de la localisation des défauts relevés sur chacune des éprouvettes rompues suivant chaque condition.

Il apparaît d'une part que pour le cas brut, ceux-ci ne présentent exclusivement que des défauts liés à la surface des échantillons. En employant le post-traitement SMAT, la surface des échantillons est plus régulière ( $R_a$  ayant été diminué de plus de 90%), limitant ainsi les zones éventuelles de concentration de contrainte. Ainsi, les défauts relevés dans les cas SMATés sont localisés en sous surface et plus particulièrement sur les flancs des éprouvettes. Cette localisation sur les flancs est le résultat de la géométrie des éprouvettes, comme il a été vu, la contrainte localisée sur les flancs de l'éprouvette sera

plus importante que celle mesurée en surface du fait de l'angle droit. Ainsi les porosités proches de cette zone auront un impact plus important sur la tenue mécanique que des porosités situées au centre géométrique de l'échantillon par exemple.

De plus, les défauts relevés dans les cas SMATés présentent les conséquences directes du SMAT. La Figure III. 26a présente la porosité détectée dans l'angle de l'éprouvette SMAT Low 7. Un agrandissement permet d'observer la surface de cette porosité ainsi que la frontière de ce défaut à partir de laquelle la fissuration a pu se propager (flèches noires). La surface de ce défaut présente des lignes parallèles successives pouvant prendre plusieurs directions. Ces lignes parallèles sont similaires à celles observées en surface d'une éprouvette SMATée dans le chapitre précédent et correspondent à des bandes de glissement formées lors de la déformation plastique générée durant le traitement SMAT. Ce glissement s'observe notamment sur la Figure III. 26c par le réseau de bandes (flèches bleues) sur lequel est clairement constaté le chevauchement de la matière caractéristique du glissement.

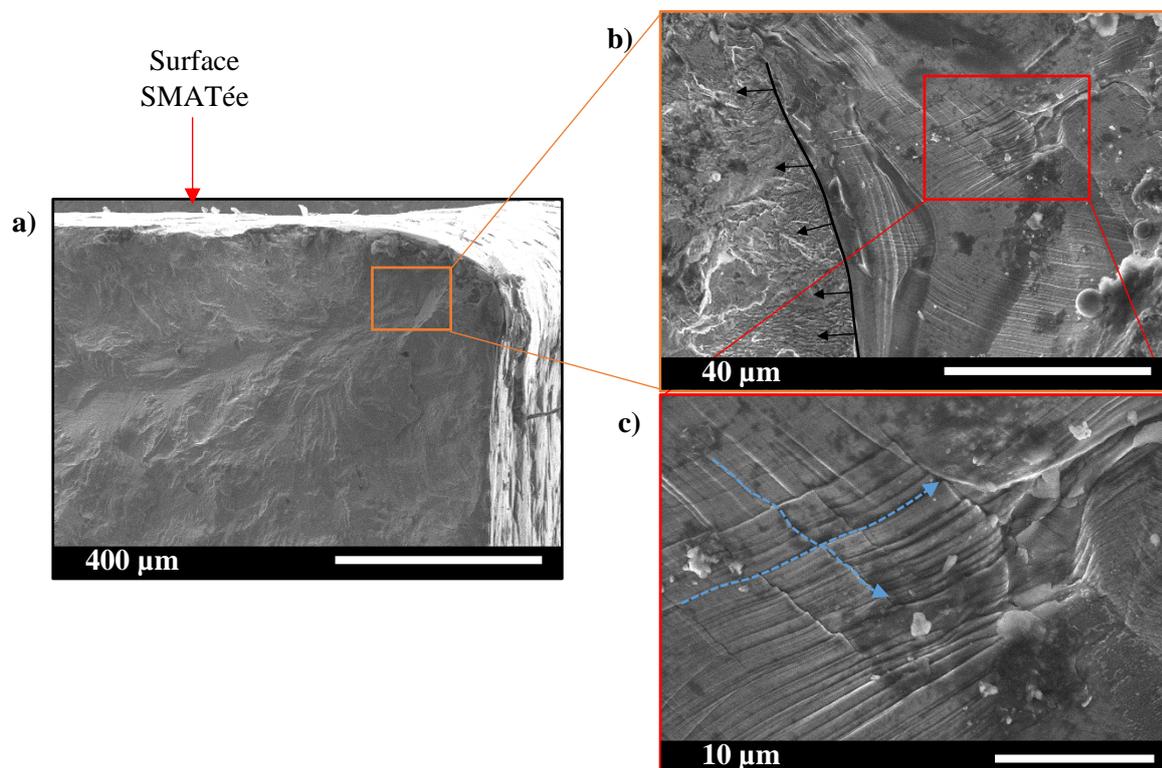


Figure III. 26 : a) Défaut observé dans l'éprouvette SMAT Low 7 (750 MPa), b) Agrandissement du défaut, c) Présence de bandes de glissement à la surface du défaut.

Il a été vu les conséquences du traitement SMAT sur les défauts entraînant la génération des fissures. Ainsi, la surface ne présente plus, après SMAT, de caractéristiques pouvant nuire à l'éprouvette. Les défauts internes présents dans les éprouvettes, notamment la porosité formée durant la fabrication, montrent ici leur impact sur la tenue mécanique.

Ainsi, pour terminer sur la compréhension de la rupture lors d'une sollicitation en fatigue en flexion alternée appliquée à des éprouvettes en acier 316L SLM brutes ou SMATés, il convient de discuter sur la propagation de fissures au sein de la section étant donné que les causes de l'amorçage des fissures dans ces différents cas sont à présent connues.

### III.4.5 Discussion sur la propagation de fissures

Pour déterminer la façon dont la propagation de fissures s'effectue, l'analyse du faciès de rupture proche des défauts précédemment détectés est nécessaire. Les Figure III. 27 présentent des agrandissements des zones autour d'un défaut détecté sur une éprouvette brute (Figure III. 24b). Ces deux images ont d'une

part la particularité de présenter un motif en chevron. Ce motif est typiquement observé dans le cas d'une propagation de fissure. D'autre part, les deux images présentent une direction de propagation différente. En effet, dans le cas de la Figure III. 27a, la propagation s'effectue perpendiculairement à l'axe de sollicitation. Au contraire, sur la Figure III. 27b, le sens de propagation est parallèle à l'axe de sollicitation. Ces motifs sont également observés aux alentours des précédents défauts présentés (Figure III. 24) de même que sur tous les autres répertoriés (Figure III. 25). Ainsi, il apparaît qu'à partir de ces défauts, la fissure se propage dans toutes les directions.

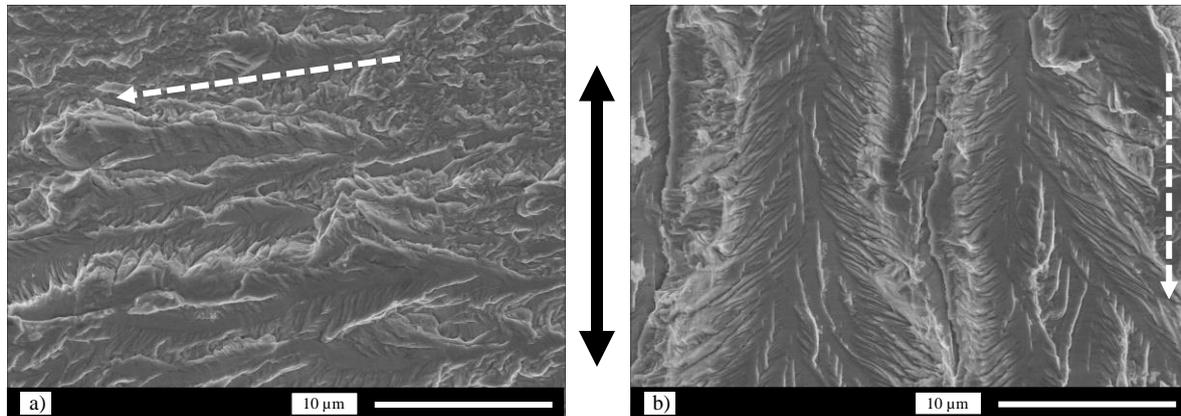


Figure III. 27 : Propagation de la fissure prenant la forme d'un motif en chevron autour du défaut relevé sur l'éprouvette brute 5 (voir Figure III. 24b) montrant la propagation de la fissure dans le sens a) perpendiculaire à l'axe de sollicitation, b) parallèle à ce même axe. La double flèche noire représente l'axe de sollicitation et les flèches pointillées blanches représentent la direction de propagation.

Un autre motif caractéristique de la sollicitation en fatigue a été observé. Les Figure III. 28a et b présentent des stries de fatigue observées sur la surface du faciès de rupture d'éprouvettes SMATées uniquement.

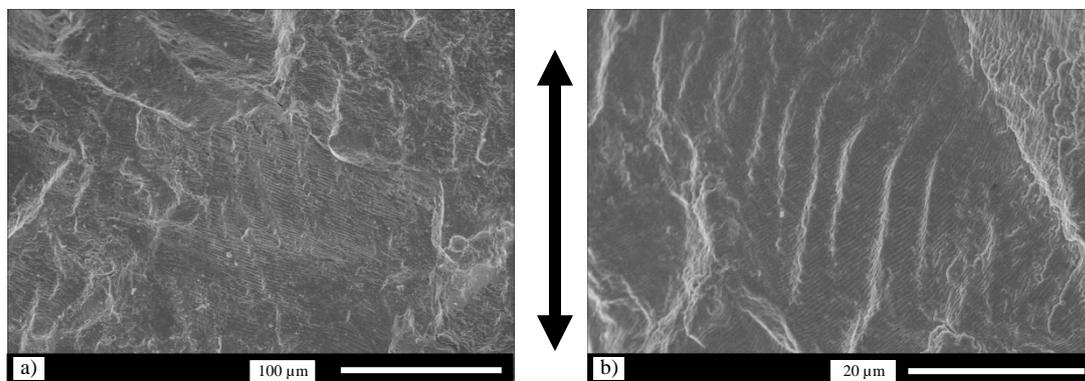


Figure III. 28 : Exemple de stries de fatigue sur la surface du faciès de rupture des cas a) SMAT Low 5 (650 MPa) et b) SMAT High 9 (850 MPa). La double flèche noire représente l'axe de sollicitation.

A l'aide des éléments à présent à disposition, il est donc possible de schématiser le processus de fissuration, allant de l'amorçage des fissures jusqu'à la rupture de l'éprouvette, en passant par la propagation. La Figure III. 29 présente un schéma illustrant la fissuration au sein de la section des échantillons bruts et SMATés. Ainsi, les différentes étapes de la fissuration peuvent être décrites comme suit :

- L'amorçage : Les flancs de l'éprouvette sont les premières zones à développer des fissures comme en atteste les Figure III. 20c et d, pour le cas brut ou SMATé. De plus, le cas brut présente des fissures directement générées à la surface des éprouvettes, du fait de la mauvaise qualité de surface, comme présenté sur la Figure III. 21a. Le cas SMATé ne présente pas de fissuration direct en surface mais l'amorçage s'y effectue en sous surface, dans une zone proche des flancs de l'éprouvette (voir Figure III. 25) à partir d'un défaut tel qu'une porosité. Dans le

schéma sur la Figure III. 29a, les fissures générées en surface sont représentées par des doubles flèches rouges.

- La propagation : à la suite de ces différents amorçages de fissures (flancs, surface, porosités), celles-ci vont progresser d'une part à la surface de l'éprouvette, cette propagation étant symbolisée par des flèches rouges discontinues. D'autre part, celles-ci vont progresser dans la section de l'échantillon, symbolisée cette fois-ci par des flèches noires continues, la propagation s'étendant à tout l'espace environnant le défaut. La propagation est caractérisée par un motif de type chevron (voir Figure III. 27).
- La rupture : au fur et à mesure des sollicitations, les fissures initialement développées à partir des deux flancs de l'éprouvette puis propagées sur les surfaces ainsi que dans la section tendent à se rejoindre pour conduire à la rupture de l'éprouvette. Cette jonction est symbolisée par une ligne pointillée bleue dans le schéma ci-dessous. Elle symbolise la zone où la contrainte moyenne est nulle. Cette jonction n'est pas nécessairement alignée avec l'axe central de l'éprouvette. En effet, la façon dont cette jonction se dessine atteste de la présence de défauts. Les défauts, permettant l'initiation prématurée des fissures, permettent à celles-ci de se propager plus rapidement dans la section de l'éprouvette. Etant donné que la cinétique de la fissuration est inégale de chaque côté, la jonction sera décalée par rapport au centre et sera au plus près de la surface ne comportant pas de défauts. Ce décalage est observé sur les Figure III. 23 des faciès de rupture de différentes éprouvettes sur lesquelles ont été entourés en cercles pointillés blancs les défauts ayant amorcé des fissures.

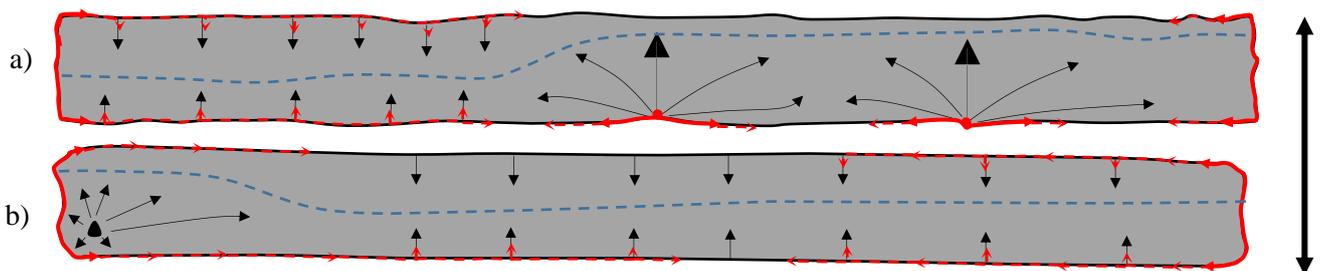


Figure III. 29 : Schéma illustrant l'initiation ainsi que la propagation des fissures durant un essai de fatigue en flexion alternée dans la section d'un échantillon a) brut, b) SMATé. Les flèches rouges et noires représentent respectivement la propagation des fissures en surface et dans la section. La ligne pointillée bleue représente la jonction entre les fissures provenant des deux flancs de l'échantillon. La double flèche noire représente l'axe de sollicitation.

## III.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les propriétés mécaniques en traction et fatigue des aciers 316L SLM bruts, SMATés, recuits ou encore traités par un post-traitement successif (SMAT puis recuit ou inversement) ont été analysées. Les effets du traitement SMAT, des traitements thermiques et de la combinaison successive de ces derniers ont été évalués.

Le traitement SMAT permet d'améliorer significativement les propriétés de la surface des aciers 316L SLM. La rugosité peut être ainsi diminuée de plus de 90% par rapport à l'état initial. La microdureté en surface est augmentée de plus de 40% et des contraintes résiduelles de compression de l'ordre de -300 MPa sont introduites à la surface de l'échantillon.

Les essais de traction montrent une augmentation de la limite d'élasticité accompagnée dans une proportion plus importante d'une chute de la ductilité des échantillons en acier 316L SLM traités par SMAT. L'influence du traitement thermique de recuit sur les propriétés mécaniques indique la forte dépendance des propriétés mécaniques à la microstructure cellulaire interne aux échantillons. L'application d'un traitement thermique suivi d'un traitement SMAT permet de conserver les propriétés mécaniques des échantillons quel que soit l'état interne de dégradation de la microstructure cellulaire.

L'étude de l'évolution de l'écrouissage lors d'un essai de traction permet de montrer que la structure cellulaire permet de maintenir un niveau d'écrouissage stable tout au long de la déformation. L'augmentation des propriétés mécaniques étant causée majoritairement par l'introduction de nouvelles dislocations en sous-couche de l'échantillon lors du traitement SMAT. C'est également cette accumulation de dislocations en sous-couche qui diminue la ductilité totale de l'éprouvette.

Les essais de fatigue en flexion alternée réalisés en partenariat avec l'université d'Oulu en Finlande montrent une nette amélioration de la limite d'endurance des éprouvettes traitées par SMAT (>100%). Cette amélioration est le résultat de nombreux facteurs, tel que la diminution de rugosité, l'écrouissage et l'introduction de contraintes résiduelles de compression en sous-couche de l'échantillon. L'analyse des surfaces et des faciès de rupture des éprouvettes indiquent également une différence dans l'initiation et la propagation des fissures. Les sites d'amorçage dans le cas brut étant caractérisés par des défauts de surface et au contrainte pour le cas SMATé, par des défauts internes. Une illustration sur l'initiation et la propagation des fissures pour les cas brut et SMATé est proposée afin de schématiser la différence entre les deux cas.

Dans le chapitre suivant, les post-traitement SMAT et thermique de recuit seront assemblés au sein d'un même post-traitement. Le post-traitement duplex sera étudié dans le but d'améliorer la perte de ductilité de l'acier 316L SLM par rapport à un traitement SMAT seul.

# Chapitre IV : Mise au point d'un traitement duplex thermo-mécanique (SMAT/TT)

<b>Chapitre IV : Mise au point d'un traitement duplex thermo-mécanique (SMAT/TT).....</b>	<b>98</b>
IV.1 Introduction.....	99
IV.2 Post-traitement duplex avec chauffage par rayonnement infrarouge (S&HT : SMAT and Heat-Treated) .....	99
IV.2.1 Mise au point.....	99
IV.2.2 Propriétés mécaniques obtenues.....	102
IV.2.3 Conclusion.....	104
IV.3 Post-traitement duplex avec chauffage par passage d'un courant électrique (S&ET : SMAT and Electro-Treated).....	104
IV.3.1 Etat de l'art.....	105
IV.3.2 Mise au point.....	111
IV.3.3 Propriétés mécaniques obtenues.....	115
IV.4 Discussion sur le choix de la méthode de mise en température .....	122
IV.5 Conclusion.....	124
Conclusion générale .....	126

## IV.1 Introduction

Comme présenté dans l'introduction générale, l'un des objectifs de cette thèse est l'amélioration des propriétés mécaniques de l'acier 316L obtenu par fabrication additive à travers la mise au point d'un post-traitement thermomécanique (duplex). L'objectif d'un tel post-traitement est de parvenir à minimiser la baisse de ductilité induite par le traitement SMAT tout en conservant une résistance mécanique importante. Ainsi, dans ce dernier chapitre, les procédures expérimentales utilisées pour la mise en place de deux post-traitements duplex seront présentées.

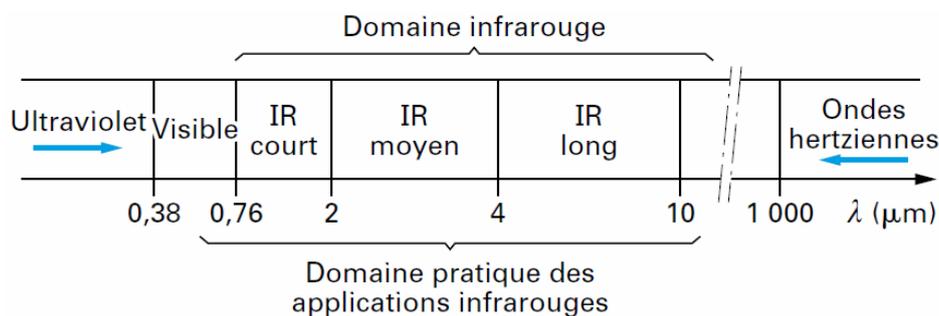
Dans un premier temps, le premier post-traitement duplex permettant la combinaison de ces deux traitements (thermique et mécanique) a été testé sur une machine déjà existante au LASMIS, dénommée « Bertin », intégrant un chauffage par le moyen de lampes à infrarouge. Les résultats présentés concernant ce premier post-traitement duplex ont été obtenus dans le cadre d'un stage de fin d'études. Les essais sur cette machine ont été réalisés par deux étudiants (Liam McWilliams et Jamie Lindsay) de l'Université de Strathclyde à Glasgow en Écosse dans le cadre de leur projet de fin d'études et dans lequel j'ai pu participer à leurs encadrements. Pour le second post-traitement duplex, un nouveau système de traitement thermique par passage du courant électrique a été réalisé et adapté sur le système SMAT déjà existant. Ce second traitement permet de pallier certaines limitations du premier post-traitement duplex.

## IV.2 Post-traitement duplex avec chauffage par rayonnement infrarouge (S&HT : SMAT and Heat-Treated)

Cette section va présenter le premier post-traitement duplex employant des lampes à infrarouge pour effectuer le traitement thermique. La mise au point du traitement, les limitations du système ainsi que les propriétés mécaniques induites par ce traitement sont présentées.

### IV.2.1 Mise au point

Contrairement au chauffage par convection intervenant dans un four conventionnel dans lequel l'air est chauffé via des résistances, le chauffage par rayonnement infrarouge permet d'élever directement la température de la pièce à traiter. Il n'y a pas besoin de chauffer le milieu entourant la pièce (l'air) pour la chauffer. L'infrarouge correspond à une gamme de longueur d'onde allant de 700 nm jusqu'à 1000 nm environ comme l'illustre la Figure IV. 1.



L'échelle pour la longueur d'onde  $\lambda$  est arbitraire

Figure IV. 1 : Bandes de longueur d'onde (Dory et al., 1999).

Trois domaines différents de l'infrarouge sont exploités, le domaine de l'infrarouge court, moyen ou long. Le type d'application industrielle peut nécessiter un domaine plutôt qu'un autre. L'avantage d'employer le chauffage par rayonnement infrarouge réside dans la facilité de transfert de chaleur.

## Chapitre IV : Mise au point d'un traitement duplex thermo-mécanique (SMAT/TT)

Comme dit précédemment, nul besoin de réchauffer l'air ambiant pour chauffer une pièce. L'énergie employée pour chauffer une pièce peut être focalisée directement à sa surface. La densité de puissance élevée et l'inertie thermique généralement faible permettent une montée en température rapide de la pièce (Dory et al., 1999).

C'est ce premier type de mise en température qui est exploitée pour chauffer les éprouvettes. La littérature ne fait néanmoins pas mention de l'effet du traitement thermique via un rayonnement infrarouge sur quelques matériaux que ce soit.

Comme indiqué dans l'introduction, les moyens expérimentaux pour réaliser un post-traitement duplex avec un traitement thermique par rayonnement infrarouge sont déjà disponibles au LASMIS. La machine dénommée « Bertin », visible sur la Figure IV. 2a, possède le matériel nécessaire à la réalisation du traitement SMAT. Ce dispositif est équipé de lampes à infrarouge (Figure IV. 2b) ainsi que d'une enceinte en céramique permettant la mise en température des éprouvettes en acier 316L SLM dans le cadre de notre étude.



Figure IV. 2 : a) Vue élargie de la machine Bertin, b) Lampes à infrarouge.

Les lampes à infrarouge installées sur la Bertin sont dotées d'une puissance de 500W chacune et sont commercialisées par la société Vulcanic possédant comme numéro de référence le 6014-21. Les lampes exploitent le rayonnement infrarouge dans le domaine court (voir Figure IV. 1) et fonctionnent de manière « tout ou rien ». Concernant la mise en place du système, les éprouvettes sont placées dans un porte-échantillon lui-même déposé sur la chemise entourant la sonotrode. L'enceinte en céramique est ensuite mise en place (Figure IV. 3a).

Dans cette enceinte, les lampes à infrarouge sont placées de façon à focaliser le rayonnement sur le porte-échantillon (Figure IV. 3b). L'espace dans l'enceinte est restreint comme le montre la Figure IV. 3b. Le système composé des lampes à infrarouge et de la chambre en céramique ne permet pas d'introduire autre chose que le porte-échantillon en acier. Ce manque d'espace impose une application du traitement SMAT à un niveau de sévérité modéré voire faible. En effet, comme il n'est pas possible de maintenir en place le porte-échantillon en déposant une charge à sa surface, un traitement SMAT possédant des conditions d'application trop sévère (amplitude de vibration élevée notamment) induirait une vibration voire le mouvement du porte-échantillon de par les impacts des billes à sa surface.

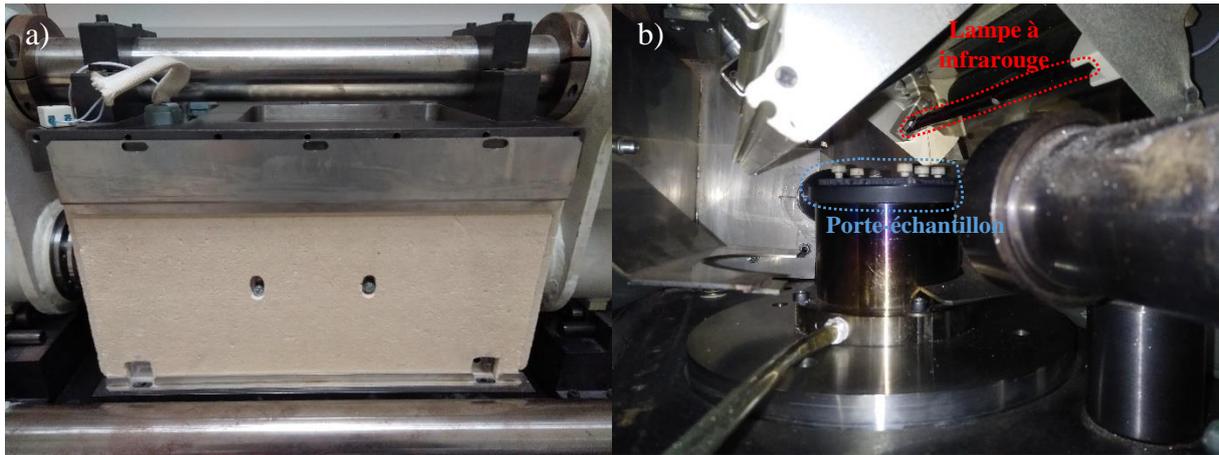


Figure IV. 3 : a) Vue extérieure de l'enceinte en céramique, b) Vue interne de l'enceinte en céramique.

La mesure de température via l'emploi d'un thermocouple est effectuée au plus proche des éprouvettes. Le thermocouple est inséré dans le porte-échantillon au moyen d'un perçage effectué au préalable pour conserver la même disposition lors des mesures que lors des essais. Les mesures indiquent une température maximale atteignable de 400°C environ. Ainsi, c'est à cette température que les éprouvettes seront traitées thermiquement lors du post-traitement duplex. La Figure IV. 4 présente la montée en température des éprouvettes. Il avait été dit précédemment lors de la présentation du fonctionnement du traitement thermique par rayonnement infrarouge que la montée en température est rapide. Il apparaît finalement que la montée en température est lente. En effet, il faut approximativement une heure aux lampes à infrarouge pour élever la température des éprouvettes jusqu'à environ 400°C. Cela s'explique par le fait que les éprouvettes ne sont pas directement impactées par le rayonnement des lampes à infrarouge. Les éprouvettes étant contenues dans le porte-échantillon, c'est d'abord le porte-échantillon en acier qui est chauffé par rayonnement et qui permet ensuite une élévation de la température des éprouvettes par conduction (contact entre les éprouvettes et le porte-échantillon).

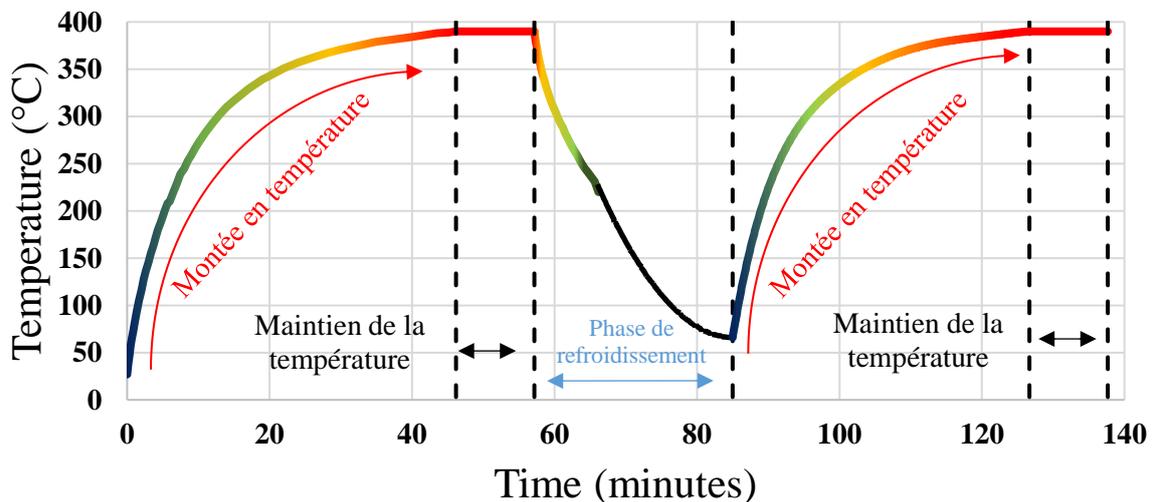


Figure IV. 4 : Evolution de la température en fonction du temps au cours de deux cycles.

Ainsi, les paramètres d'application du traitement SMAT et du traitement thermique au moyen des lampes à infrarouge sont résumés dans le Tableau IV. 1. La durée du traitement SMAT est fixée à 30 minutes par face avec une amplitude de vibration de la sonotrode fixée à 8  $\mu\text{m}$ . Cette valeur d'amplitude correspond à la valeur à laquelle aucun mouvement du porte-échantillon n'est relevé durant le traitement. La température employée avec les lampes à infrarouge est fixée à 400°C.

Traitement Conditions	SMAT
Durée de traitement (min)	30
Diamètre (mm)	3
Amplitude (µm)	8

Traitement Condition	Thermique
Température (°C)	Ambiante / 400

Tableau IV. 1 : Conditions de SMAT et de température employées lors du traitement utilisant les lampes à infrarouge.

A présent que les conditions de traitement ont été définies, le traitement des éprouvettes est effectué et les résultats des propriétés mécaniques obtenus sont présentés dans la section suivante.

### IV.2.2 Propriétés mécaniques obtenues

A l'aide du dispositif de mise en température employant les lampes à infrarouge présenté dans la section IV.2.1, plusieurs conditions de traitements ont été étudiées. Les conditions du traitement SMAT et du traitement de recuit sont présentées dans le Tableau IV. 2. Pour clarifier la lecture des différentes conditions, lorsque le traitement inclut le traitement SMAT et le traitement thermique par lampes à infrarouge, le chiffre (1) indique que le traitement considéré est employé en premier et que le traitement (2) est effectué par la suite. Seul le traitement S&HT, correspondant au traitement duplex, emploie le SMAT et le traitement thermique en simultané.

Dénomination du traitement	SMAT	Lampes à infrarouge
AB (As-built)	-	-
S	✓	-
HT	-	✓
SHT	(1) ✓ →	✓ (2)
HTS	(2) ✓ ←	✓ (1)
S&HT	✓ ↔	✓

Tableau IV. 2 : Dénomination des différents post-traitements opérés dans la section IV.2. Dans le cas d'un double traitement effectué de façon successive, le chiffre indique quel traitement est opéré en premier.

Une fois les éprouvettes traitées suivant les différentes conditions du Tableau IV. 2, les propriétés mécaniques sont étudiées.

La Figure IV. 5 présente les résultats de rugosité obtenus sur les différents échantillons. Il apparaît que le traitement S&HT permet d'obtenir la rugosité la plus faible. C'est un résultat en accord avec celui d'une étude antérieure montrant que la température de traitement est un facteur influençant la rugosité (Grosdidier and Novelli, 2019). En sachant que l'acier est de plus en plus malléable avec l'accroissement de la température, les billes projetées à la surface de l'échantillon chauffé à 400°C s'y enfoncent plus, réduisant ainsi de proche en proche la rugosité initiale.

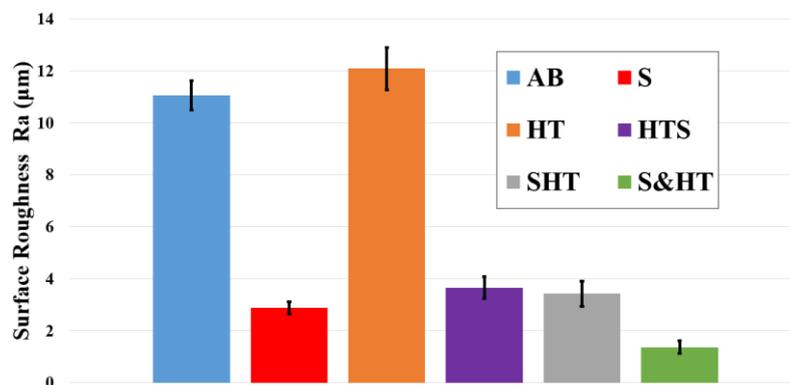


Figure IV. 5 : Rugosité Ra des échantillons en acier 316L SLM en fonction du traitement effectué.

La micro-dureté a également été relevée dans la moitié de la section des différents échantillons afin de quantifier l'écroutissage subi par l'éprouvette. La Figure IV. 6 présente les profils de micro-dureté obtenus. Le traitement duplex en simultané S&HT présente les valeurs de micro-dureté les plus importantes en sous-surface, de même pour le cas SHT. Pour la supériorité des valeurs de micro-dureté pour les cas S&HT et SHT, cela peut s'expliquer par le fait, qu'au même titre que la rugosité est plus fortement diminuée lors d'un traitement à chaud, l'écroutissage subi par l'éprouvette est plus important, amenant à des valeurs de micro-dureté plus élevées en sous-couche.

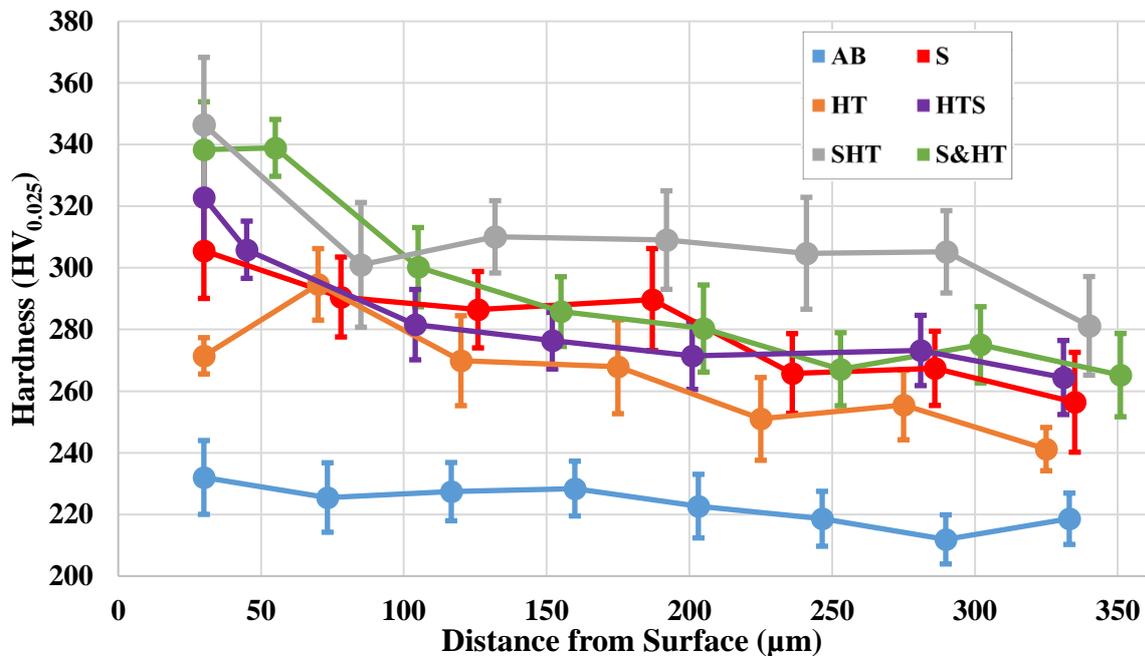


Figure IV. 6 : Profils de micro-dureté des échantillons en acier 316L SLM en fonction du traitement effectué.

Les courbes de traction obtenues suivant les différents cas sont présentées sur la Figure IV. 7.

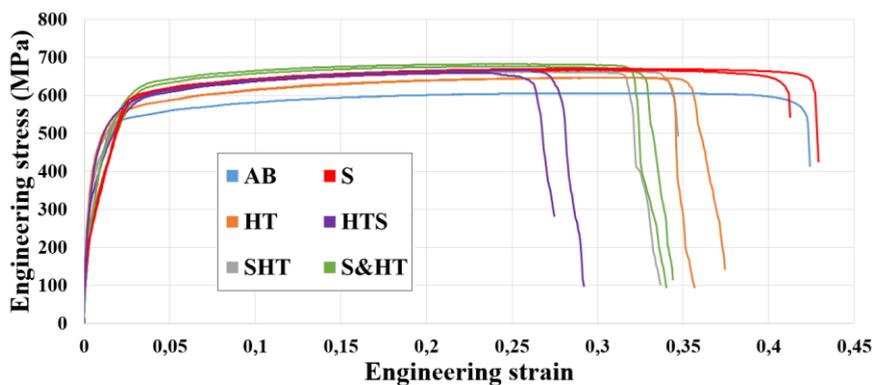


Figure IV. 7 : Courbes de traction obtenues suivant les différents traitements opérés.

Les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, limite en traction, allongement à rupture) des différentes conditions étudiées sont présentées sur le Tableau IV. 3.

Condition	Limite d'élasticité (MPa)		Limite en traction (MPa)		Allongement à rupture (%)	
AB	508 ± 3		609 ± 3		43 ± 3	
S	581±6.2	+14%	664±8.3	+9%	35.1±12.2	-18%
HT	554±11.2	+9%	658±0.6	+8%	37.6±2	-13%
SHT	586±9.9	+15%	663±1.4	+9%	34.2±0.8	-20%
HTS	580±13.4	+14%	662±5.7	+9%	28.4±1.2	-34%
S&HT	615±3.6	+21%	682±3.5	+12%	36.9±4.7	-14%

Tableau IV. 3 : Valeur de limite d'élasticité, limite en traction et allongement à rupture des éprouvettes des différentes conditions de traitement employées. La variation en pourcentage des propriétés mécaniques de chaque condition par rapport à l'état brut est également précisée.

Deux conclusions essentielles ressortent des valeurs du Tableau IV. 3. La première est que les échantillons traités par le traitement S&HT présentent les propriétés mécaniques les plus élevées (limite d'élasticité et limite en traction) par rapport aux autres traitements et notamment par rapport au SMAT seul (S). Cela peut être mis en parallèle avec les plus grandes valeurs de micro-dureté relevées sur cet échantillon, indiquant un écrouissage généré plus important sur une profondeur plus grande. La deuxième conclusion est que les données permettent de statuer sur l'impact de ce double traitement sur la ductilité. En effet, la diminution de la ductilité dans le cas du traitement S&HT est plus faible que dans le cas S. Bien que les écarts-types associés à chacune de ces valeurs ne permettent pas d'affirmer formellement cette conclusion, il apparaît que l'emploi du traitement thermique en simultané du SMAT a un effet bénéfique sur la ductilité.

### IV.2.3 Conclusion

Cette première méthode de traitement duplex a permis de mettre en lumière l'apport de l'application de la température en simultané d'un traitement SMAT (condition S&HT). En effet, bien que la diminution de la chute de ductilité soit faible, il est toutefois clair d'une part que l'état de surface en est amélioré et que les propriétés mécaniques (hormis l'allongement) le sont, bien que légèrement, par rapport à un traitement SMAT seul.

Lors de la mise au point de ce système, plusieurs limitations sont apparues. Tout d'abord, l'amplitude de vibration de la sonotrode devait nécessairement être abaissée à une valeur modéré/faible pour empêcher le mouvement du porte-échantillon sous les impacts des billes. Egalement, le temps nécessaire pour élever la température des éprouvettes est d'une durée importante, la Figure IV. 4 ayant montré qu'il est nécessaire d'alimenter les lampes à infrarouge durant presque 1 heure afin d'élever la température des éprouvettes jusqu'à 400°C. Pour finir, comme le traitement SMAT des éprouvettes nécessite de traiter successivement une face puis l'autre des éprouvettes afin d'éviter qu'elles ne fléchissent trop sous l'impact des billes, un cyclage thermique doit donc être mis en œuvre pour retourner les éprouvettes. En effet, lorsqu'une première face des éprouvettes est traitée, les lampes à infrarouge sont arrêtées afin de retirer le porte-échantillon de la chambre en céramique pour le retourner et le réinsérer. Cela implique que les éprouvettes ont subi une nouvelle montée en température, de la température ambiante jusqu'à 400°C.

Le deuxième système de traitement duplex présenté dans la section suivante est conçu pour remédier aux différentes limitations qu'impose l'emploi de la chambre en céramique et des lampes à infrarouge présentées dans cette première partie.

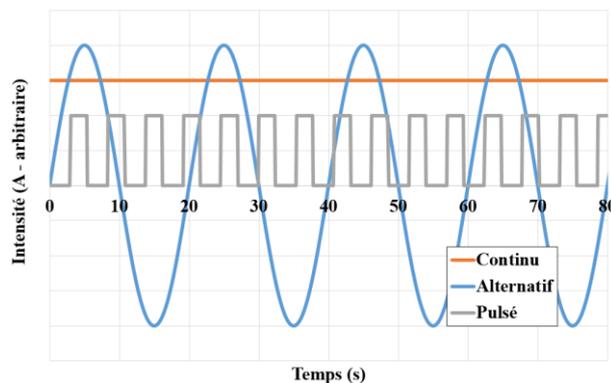
## IV.3 Post-traitement duplex avec chauffage par passage d'un courant électrique (S&ET : SMAT and Electro-Treated)

Contrairement aux lampes à infrarouge, le passage d'un courant électrique appliqué à divers métaux a fait l'objet de nombreuses études consacrées tant à l'évolution de la microstructure que des propriétés

mécaniques. La section suivante présente donc l'état de l'art de l'emploi du passage d'un courant électrique.

### IV.3.1 Etat de l'art

La deuxième méthode de mise en température employée dans cette étude est le chauffage au moyen de l'effet Joule ou appelé chauffage par passage direct de courant. Le principe est que la pièce à chauffer est directement parcourue par un courant électrique se traduisant par un dégagement de chaleur par effet Joule (Heurtin and Mazoyer, 1984). Cette technique peut s'employer sur tous types de matériaux conducteurs. Le mode de traitement des métaux par passage de courant électrique inclut le mode continu, alternatif ou pulsé (fréquence et temps de maintien du courant à définir), comme illustré sur la Figure IV. 8.



**Figure IV. 8 : Les trois modes de passage du courant électrique pour le traitement des métaux : continu, alternatif et pulsé.**

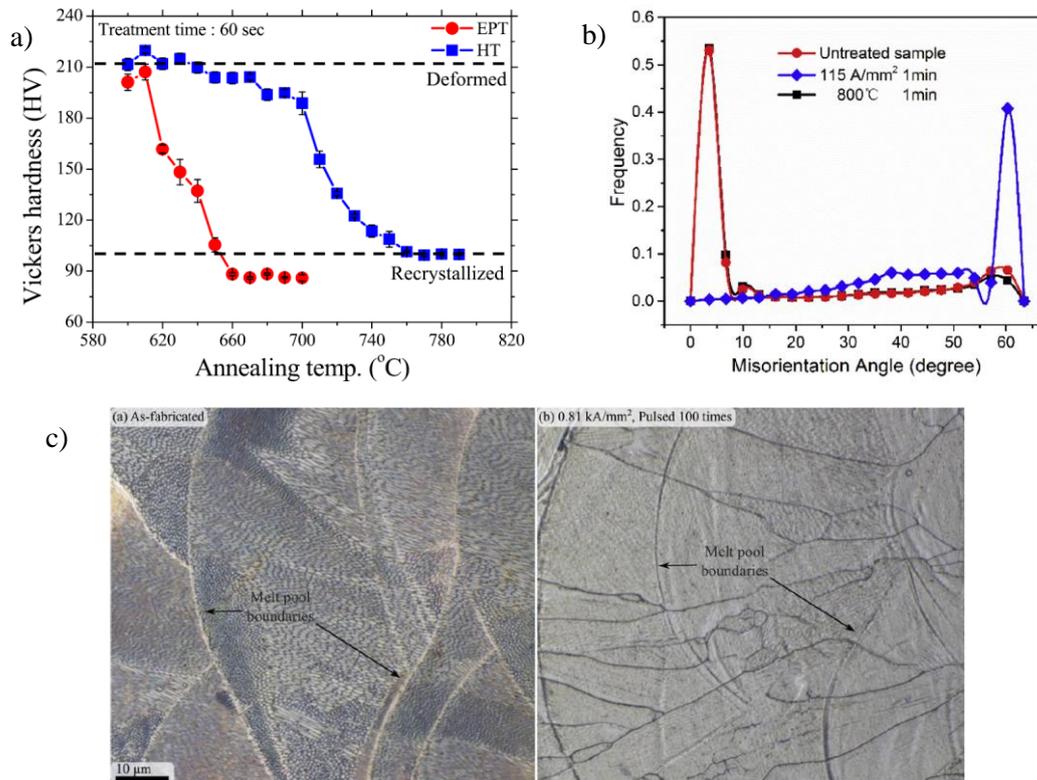
Le courant électrique induit deux effets dans l'échantillon. Le premier effet est thermique. Comme expliqué précédemment, il se traduit par un dégagement de chaleur dû à l'effet Joule. Le second effet est athermique. Celui-ci a d'abord été présenté comme le résultat de la diffusion d'atomes causée par l'effet « d'électromigration ». L'énergie cinétique du flux d'électrons induit par la forte densité de courant traversant l'échantillon est responsable de ce phénomène (Liang and Lin, 2018). Une récente étude a par la suite apporté des précisions sur l'origine de ce phénomène en expliquant l'effet athermique par un affaiblissement des liaisons atomique dû à un déséquilibre des charges proches des défauts (joints de grains, dislocations) (Kim et al., 2020). Cet affaiblissement des liaisons atomiques sous passage du courant électrique a pu être révélé via la mesure de la diminution du module d'élasticité sous passage du courant électrique.

L'application d'un courant électrique sur différents matériaux métalliques a pu montrer ses multiples effets sur la microstructure. Il a ainsi pu être constaté que le courant électrique permet d'obtenir une recristallisation similaire à celle générée avec un traitement thermique opéré dans un four conventionnel mais avec un temps de maintien et une température plus faibles (Park et al., 2017 - 20A/mm<sup>2</sup> - pulsé - Aciers sans interstitiels et Alliages magnésium AZ31) comme l'illustre la Figure IV. 9a.

La Figure IV. 9b montre via la distribution de l'angle de désorientation que le courant électrique modifie la cinétique de recristallisation. La recristallisation est complète après le passage du courant électrique alors qu'elle est presque inchangée après un traitement thermique par four conventionnel (Zhang et al., 2018 - 56A/mm<sup>2</sup> - pulsé - superalliages base nickel). Le passage du courant électrique permet également d'obtenir des grains recristallisés de tailles plus faibles qu'avec un traitement thermique conventionnel (Zhou et al., 2004 - 17000A/mm<sup>2</sup> - pulsé - alliage Cu-Zn).

La Figure IV. 9c présente le résultat de l'application du passage d'un courant électrique pulsé sur la microstructure de l'acier 316L SLM. La proportion de la structure cellulaire caractéristique de l'acier

316L SLM a considérablement été réduite avec un temps de traitement plus court qu'avec un traitement thermique conventionnel (Noell et al., 2020 - 810 A/mm<sup>2</sup> - pulsé - acier 316L SLM).



**Figure IV. 9 :** a) Evolution de la micro-dureté dans un alliage AZ31 entre un échantillon traité pendant 60s à différentes températures par passage de courant électrique pulsé (EPT) ou traité thermiquement avec un four conventionnel (HT) (Park et al., 2017), b) Comparaison de l'angle de désorientation entre un échantillon de superalliage base nickel brut, traité par passage de courant électrique pulsé (115 A/mm<sup>2</sup>) ou traité par four conventionnel (800°C) (X. Zhang et al., 2018), c) Images numériques d'un acier 316L SLM brut (image de gauche) et traité par passage de courant électrique pulsé (image de droite – 810A/mm<sup>2</sup>) (Noell et al., 2020).

La densité de courant (A/mm<sup>2</sup>) employée influe sur la modification de l'échantillon. Ainsi, il apparaît que l'utilisation d'une densité de courant contrôlée permet d'améliorer les propriétés mécaniques ou de les diminuer, et ce, pour une utilisation du passage d'un courant électrique en mode continu (Shu et al., 2020 - 0.4-7A/mm<sup>2</sup> - continu - bande d'étain) ou pulsé (Ma et al., 2018 - pulsé - acier 316L conventionnel) comme le montre respectivement les Figure IV. 10a et b.

Les améliorations des propriétés mécaniques sont notamment le résultat de la génération de nouvelles dislocations par la combinaison de l'effet athermique ainsi que de l'expansion thermique (Liang and Lin, 2017 - 4-14A/mm<sup>2</sup> - direct - bande d'alliage Cu-Zn). Il a également été montré par des essais de traction à des niveaux de densité de courant et de températures différents (voir Figure IV. 10c) que la température et la densité de courant agissent conjointement pour réduire la limite d'élasticité. En revanche, la température réduit le coefficient d'écroutissage alors que la densité de courant permet d'augmenter légèrement ce même coefficient (Mai et al., 2011 - 5-10A/mm<sup>2</sup> - continu - acier 316L conventionnel).

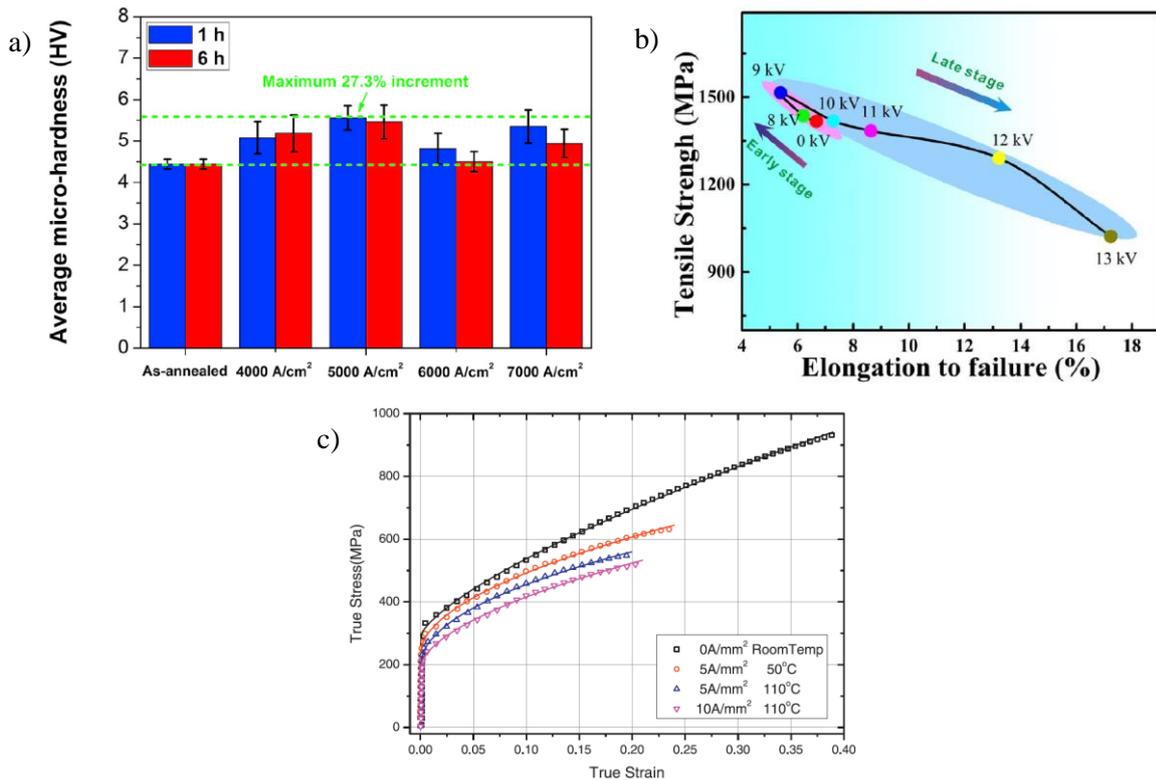
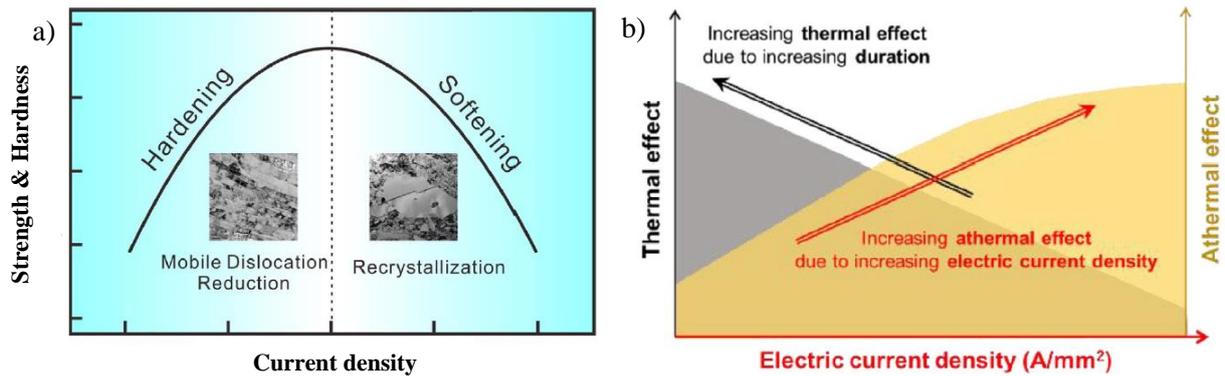


Figure IV. 10 : a) Variations de micro-dureté dans des bandes d'étain avant et après passage d'un courant électrique en mode continu ( $4-7 \times 10^3$  A/cm<sup>2</sup>) pendant 1 ou 6 h (Shu et al., 2020), b) Variation du couple allongement à rupture/limite d'élasticité suivant l'intensité du voltage employée en mode pulsé (Ma et al., 2018), c) Courbes de traction d'échantillons en acier 316L conventionnel obtenues à température ambiante ou traversée par un courant électrique continu (5-10 A/mm<sup>2</sup>) à différents niveaux de températures (Mai et al., 2011).

Néanmoins, comme évoqué précédemment, seule une densité de courant bien définie permet d'améliorer les propriétés mécaniques. Ainsi, il n'est pas exclu que des auteurs n'aboutissent qu'à une diminution des propriétés mécaniques quel que soit le mode employé (Breda et al., 2015 - 5-20A/mm<sup>2</sup> - direct - acier 316L conventionnel; Zeng et al., 2020 - 60V - pulsé - acier 316L conventionnel).

En effet, les deux effets induits par le passage d'un courant électrique, thermique et athermique, n'agissent pas de manière équivalente dans l'échantillon. Quand l'effet athermique permet la génération de nouvelles dislocations, l'effet thermique va au contraire les éliminer. Ainsi, les Figure IV. 11a et b présentent une illustration de l'effet du passage d'un courant électrique en mode pulsé (qui peut être transposé pour un mode continu).

La Figure IV. 11a indique que suivant la valeur de la densité de courant employée, le passage du courant électrique induit soit un renforcement, soit un affaiblissement de la structure de l'échantillon. La Figure IV. 11b précise que l'effet thermique est prépondérant par rapport à l'effet athermique lorsque la durée du traitement est importante (échauffement de l'échantillon). A l'inverse, l'effet athermique est prépondérant par rapport à l'effet thermique lorsque la densité de courant employée est élevée.



**Figure IV. 11 : Illustration de l'effet induit par le passage d'un courant électrique en mode pulsé. a) L'effet d'un courant électrique est caractérisé par un durcissement/renforcement du matériau pour de faibles valeurs de densité de courant et par un adoucissement de celui-ci pour de fortes valeurs de densité de courant (Ma et al., 2018), b) Prépondérance de l'effet thermique ou athermique du passage d'un courant en fonction de la densité de courant (Jeong et al., 2020).**

La différence d'utilisation entre le mode continu et pulsé réside dans la proportion de l'effet thermique induite par le passage du courant électrique. En effet, l'utilisation du mode pulsé a pour avantage de pouvoir délivrer dans l'échantillon une densité de courant sur une durée très courte (de l'ordre de la dizaine de microsecondes). L'échantillon n'a ainsi pas le temps nécessaire pour s'échauffer par effet Joule. Les densités de courant utilisées en mode pulsé peuvent ainsi être très élevées du fait du faible échauffement de l'échantillon. L'effet athermique devient donc prépondérant devant l'effet thermique, ce qui est dénommé comme l'effet d'électroplasticité.

Cet effet se traduit notamment par une augmentation significative de l'allongement au cours de la déformation de l'échantillon traversé par un courant électrique en mode pulsé (Kim et al., 2020 - 110A/mm<sup>2</sup> - pulsé - alliage d'aluminium 5052) comme l'illustre la Figure IV. 12a. L'utilisation d'une forte densité de courant est également employée pour permettre « l'auto-guérison » des matériaux métalliques. Ce terme indique la faculté d'un matériau à guérir ses dommages. Dans le cas des matériaux métalliques, une auto-guérison indique une remise à niveau de l'état interne du matériau (microstructure, phase, contraintes résiduelles, fissures) comparable à l'état avant déformation.

La Figure IV. 12b présente le cas d'un acier 316L conventionnel sollicité en traction (contrainte limitée à 40%) puis soumis à un passage de courant électrique en mode pulsé afin de permettre à la microstructure de retourner à son état initial. Cette procédure (déformation plastique limitée à 40% puis passage d'un courant électrique pulsé) est réalisée plusieurs fois de suite jusqu'à rupture. Ainsi, l'échantillon est capable de présenter un allongement de l'ordre de 200% (Jeong et al., 2020 - 90A/mm<sup>2</sup> - pulsé - acier 316L conventionnel).

La Figure IV. 12c présente le mécanisme de guérison d'une fissure par passage d'un courant électrique en mode pulsé. La pointe de fissure est d'abord traversée par une forte densité de courant électrique. Cela induit quasi-instantanément un échauffement par effet Joule de la zone locale en pointe de fissure. La zone chauffée se dilate ensuite thermiquement mais reste contrainte par le matériau non dilaté entourant cette même zone, induisant des contraintes thermiques de compression. Ainsi, cela conduit à la fermeture progressive de la fissure depuis la pointe jusqu'à la surface par micro-soudure (Kumar and Paul, 2020 - 100A/mm<sup>2</sup> - pulsé - acier d'emboutissage).

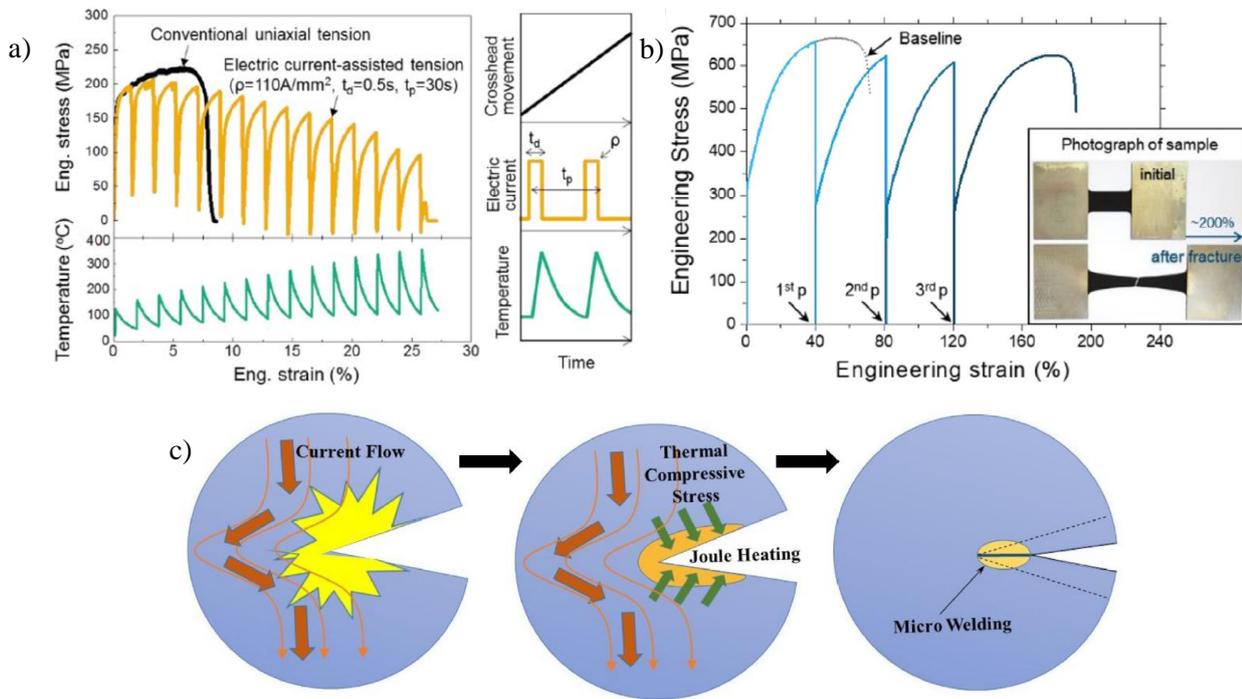


Figure IV. 12 : a) Essai de traction d'un échantillon en aluminium 5052 traversé par un courant pulsé de  $100 \text{ A/mm}^2$  (Kim et al., 2020), b) Essai de traction d'un échantillon en acier 316L conventionnel traversé par un courant pulsé de  $90 \text{ A/mm}^2$  à 3 reprises (situé sur la courbe aux points désignés comme 1<sup>st</sup> p, 2<sup>nd</sup> p, 3<sup>rd</sup> p) (Jeong et al., 2020), c) Illustration du mécanisme de fermeture d'une fissure par passage d'un courant électrique (Kumar and Paul, 2020).

A l'inverse, le mode continu est employé pour chauffer un échantillon jusqu'à une certaine température au moyen de l'effet Joule. Cet échauffement peut être très rapide suivant la densité de courant employée et amène à une modification à la fois microstructurale et mécanique des échantillons traités (Shao et al., 2018 - continu - Ti-6Al-4V).

Le traitement par passage d'un courant électrique n'a pas été étudié uniquement de manière isolée. La combinaison de ce dernier avec des post-traitements de surface existants appartenant à la catégorie SPD (Déformation Plastique Sévère) a pu faire l'objet de différentes publications. Ainsi, la Figure IV. 13a présente le profil de micro-dureté en coupe transversale d'échantillons en acier 304 traités par une combinaison de USRP (traitement de laminage de surface par ultrasons) et du passage d'un courant électrique pulsé. Il apparaît que la micro-dureté atteint des valeurs plus importantes en surface avec le traitement combiné. De même, l'augmentation de la densité de courant employée permet d'augmenter les valeurs de micro-dureté sur une profondeur plus importante au détriment de la micro-dureté en surface. Le bon ajustement de la densité de courant pour obtenir un profil de micro-dureté le plus adéquat est donc nécessaire (Wang et al., 2015 -  $0.62\text{-}1.34 \text{ A/mm}^2$  - pulsé - acier 304). Cela n'est pas sans rappeler la Figure IV. 11 dans laquelle la densité de courant peut induire une amélioration ou une détérioration des propriétés mécaniques, notamment de la micro-dureté, en fonction de la valeur qu'elle prend.

La Figure IV. 13b présente les effets de la combinaison d'un traitement UNSM (modification de surface par génération de nanocristaux par ultrasons) avec le passage d'un courant électrique continu sur les pores en surface d'un échantillon en Ti-6Al-4V réalisé par DMLS (direct metal laser sintering). Il est montré que l'échantillon traité par cette combinaison présente la plus faible quantité de pores comparativement au cas brut ou traité seulement par le traitement UNSM. Cela est dû à la compaction de l'échantillon qui est plus aisée lors du passage d'un courant électrique, permettant une élévation de la température de l'échantillon par effet Joule (H. Zhang et al., 2018 -  $3.3 \text{ A/mm}^2$  - continu - Ti-6Al-4V DMLS). La Figure IV. 12c montrait précédemment l'effet du micro-soudage sur la fermeture d'une fissure. Cela peut s'étendre aux pores de faibles tailles. En effet, le courant électrique pulsé de forte

densité permet de fermer les pores de l'échantillon par le même mécanisme que celui présenté sur la Figure IV. 12c. Ce phénomène a été observé de manière quasi *in-situ* sur des pores de tailles nanométriques (Wang et al., 2019 - 107 A/mm<sup>2</sup> - pulsé - acier à roulements M50) et illustré de manière générale sur des pores de matériaux métalliques (Kumar and Paul, 2021).

Pour terminer, la Figure IV. 13c présente les mécanismes de déformation pour un acier 300M suivant trois post-traitements. Soit par post-traitement mécanique seulement via le traitement UNSM, soit par la combinaison de ce traitement avec le passage d'un courant électrique en mode continu ou pulsé, CC-UNSM ou EP-UNSM respectivement. Concernant le cas d'un post-traitement UNSM seul, le raffinement des grains se réalise par la subdivision des grains initiaux. Cette subdivision intervient via l'introduction par le post-traitement d'un grand nombre de dislocations, s'enchevêtrant et se rassemblant en « murs de dislocations » pour créer de nouveaux joints de grains. Pour le cas CC-UNSM, l'énergie thermique apportée par le passage du courant électrique en mode continu permet d'augmenter la mobilité des dislocations, permettant d'obtenir une épaisseur recristallisée plus importante avec des tailles de grains plus faibles que le traitement UNSM seul. En employant un courant électrique pulsé, le cas EP-UNSM permet de faire intervenir une densité de courant plus importante, augmentant ainsi l'influence de l'effet athermique du passage du courant électrique. Cela permet d'obtenir une couche nanocrystallisée plus épaisse que pour le cas CC-UNSM avec des grains de tailles encore plus faibles (Zhao et al., 2020 - 3.3/26 A/mm<sup>2</sup> - continu/pulsé - acier 300M).

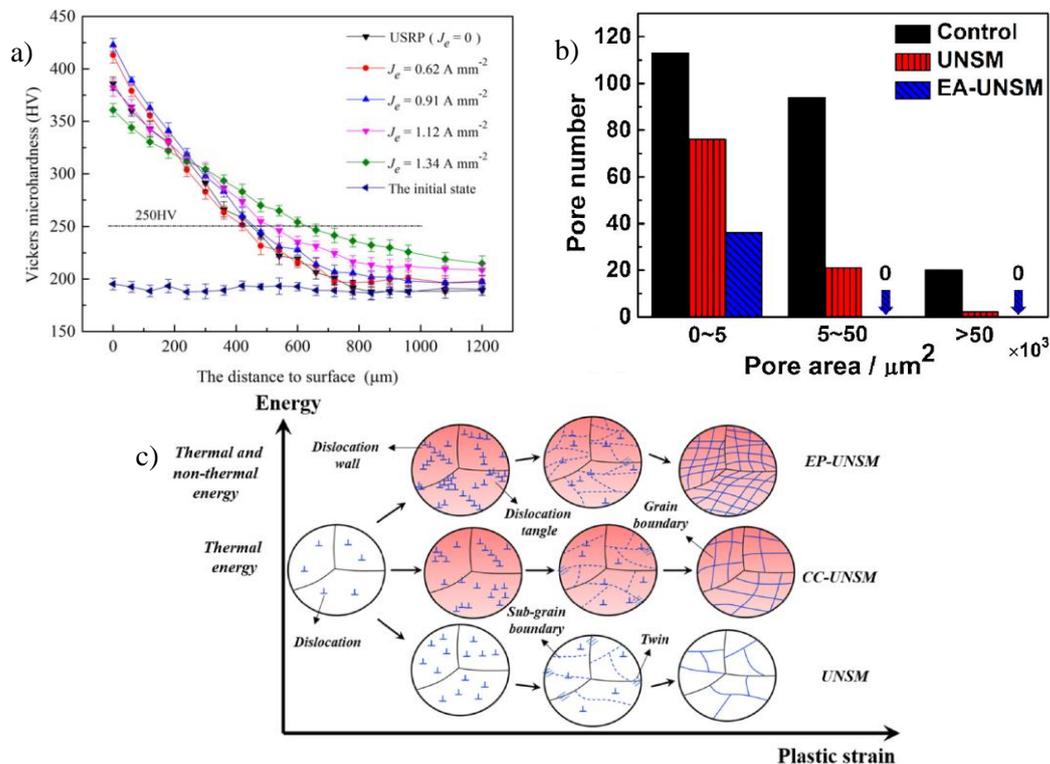


Figure IV. 13 : a) Distribution du gradient de micro-dureté en coupe transversale dans la couche renforcée en surface d'échantillons en acier 304 traités par une combinaison de USRP et du passage de courant électrique pulsé (0.62 – 1.34 A/mm<sup>2</sup>) (Wang et al., 2015), b) Histogrammes des pores de différentes tailles relevés en surface sur des échantillons en Ti-6Al-4V DMLS brut, traité par UNSM et traité par une combinaison de UNSM et du passage de courant électrique continu (3.3 A/mm<sup>2</sup> – EA-UNSM) (H. Zhang et al., 2018), c) Mécanismes de déformation d'un acier 300M traité par UNSM, par une combinaison de UNSM et par passage de courant électrique continu (CC-UNSM – 3 A/mm<sup>2</sup>), et traité par une combinaison de UNSM et par passage de courant électrique pulsé (EP-UNSM – 26 A/mm<sup>2</sup>) (Zhao et al., 2020).

Ainsi, il apparaît que le passage du courant électrique a de multiples conséquences sur les matériaux traités, tant sur le plan microstructural que mécanique. Aucune mention de la combinaison du traitement SMAT avec le passage d'un courant électrique n'a été relevée dans la littérature.

Dans la section suivante, la conception, la réalisation et la validation d'un porte-échantillon permettant de réaliser en simultanément le traitement SMAT et le passage d'un courant électrique sont présentées.

### IV.3.2 Mise au point

La méthode de mise en température utilisée pour réaliser le second post-traitement duplex est étudiée pour résoudre les différentes contraintes soulevées dans la partie précédente consacrée au premier système de post-traitement duplex employant la Bertin et les lampes à infrarouge. A savoir :

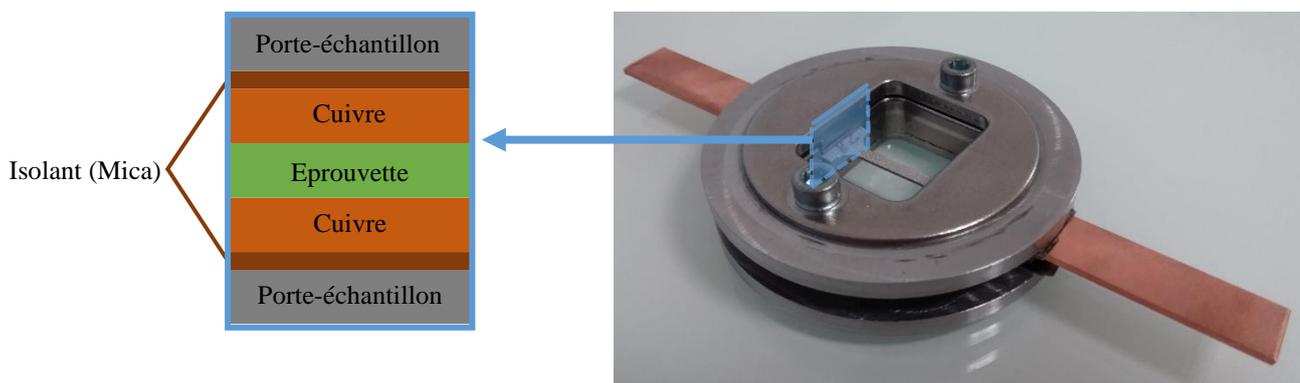
- permettre l'utilisation d'une amplitude de vibration de la sonotrode plus importante,
- permettre un temps de traitement plus court,
- permettre de maintenir en température l'éprouvette durant tout le traitement, sans discontinuité.

Dans notre cas, le passage d'un courant électrique est effectué en mode continu (voir Figure IV. 8 pour les différents modes d'utilisation du courant électrique) afin de faire intervenir l'effet Joule pour chauffer l'échantillon. L'alimentation Sorensen DLM 5-75 capable de délivrer un courant maximal de 75 A développée par la société Ametek est employée dans cette étude. La densité de courant imposée aux échantillons en acier 316L SLM est de l'ordre de 10 A/mm<sup>2</sup> dans notre cas.

Pour pouvoir employer le passage d'un courant électrique comme méthode de traitement thermique, il est nécessaire de concevoir un porte-échantillon adapté permettant d'appliquer cette méthode de traitement thermique en simultanément du SMAT. Plusieurs critères de conception pour le porte-échantillon doivent être respectés. Ainsi le porte-échantillon doit avoir comme caractéristiques :

- réaliser un maintien ferme et durable de l'éprouvette durant le traitement,
- être symétrique afin de pouvoir retourner le porte-échantillon pour traiter la face opposée de l'éprouvette,
- isoler électriquement l'éprouvette du porte-échantillon pour garantir un chauffage continu durant le traitement et éviter tout risque d'électrocution.

La conception du porte-échantillon, en tenant compte des trois caractéristiques précédentes, a conduit à la fabrication du porte-échantillon présenté sur la Figure IV. 14.



**Figure IV. 14 : Porte-échantillon permettant la réalisation du traitement duplex SMAT/TT avec chauffage de l'échantillon au moyen du passage d'un courant électrique.**

Le porte-échantillon est constitué de deux parties en acier pour résister aux chocs causés par les billes lors du traitement SMAT. Ces deux parties, une fois assemblées, permettent de conserver une distance égale entre la surface de l'éprouvette et la surface du porte-échantillon. Ainsi, il suffit de retourner le porte-échantillon pour traiter la face opposée sans avoir à manipuler directement l'éprouvette. Afin de réaliser le chauffage par effet Joule, des languettes en cuivre déposées à la surface de l'extrémité des têtes de l'éprouvette permettent de réaliser le passage du courant électrique. Pour isoler électriquement l'éprouvette du porte-échantillon en acier lors du passage du courant électrique, un matériau isolant est

disposé entre les languettes en cuivre et le porte-échantillon, conformément au schéma de la Figure IV. 14. Le matériau isolant employé est du mica, possédant notamment une très bonne isolation électrique (Servan, 1981). Les deux parties du porte-échantillon sont ainsi serrées l'une contre l'autre au moyen de deux vis, ce qui permet d'appliquer un maintien ferme et durable de l'éprouvette pendant le traitement SMAT.

Le porte-échantillon ayant toutes les caractéristiques nécessaires au bon déroulement des essais, une validation en conditions réelles est réalisée. Plusieurs points sont à étudier pour valider le porte-échantillon. Ainsi, il est vérifié :

- la bonne isolation électrique de l'éprouvette du porte-échantillon au moyen du mica,
- la bonne isolation électrique de l'éprouvette durant le traitement SMAT qui pourrait être remise en cause du fait de l'impact des billes entrant en contact à la fois avec l'éprouvette et le porte-échantillon,
- la réalisation d'un traitement SMAT complet permettant d'obtenir une éprouvette SMATée ne présentant pas de courbure.

Pour vérifier la bonne isolation électrique de l'éprouvette, l'emploi d'un voltmètre permettant de mesurer la résistance ( $\Omega$ ) conduit à s'assurer de la bonne isolation électrique de l'éprouvette vis-à-vis du porte-échantillon. Le voltmètre est également employé durant le traitement SMAT pour attester que les impacts de billes ne permettent pas le passage du courant électrique, ce qui induirait un chauffage discontinu de l'éprouvette.

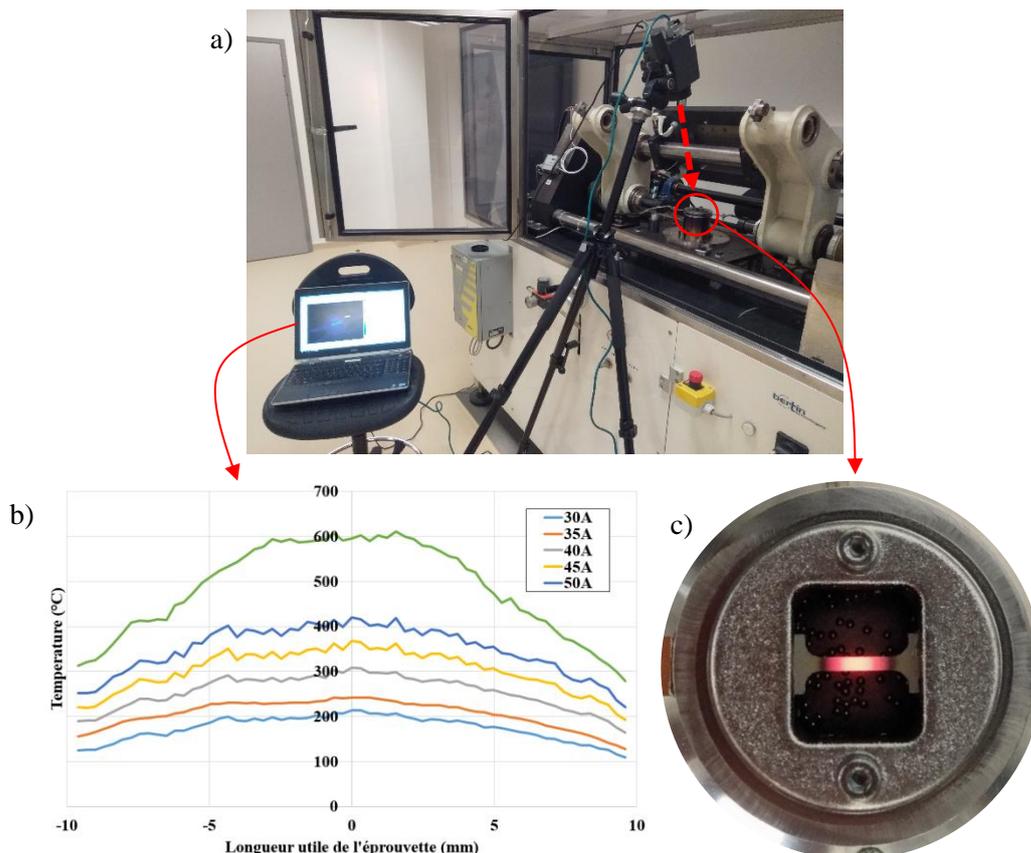


Figure IV. 15 : a) Image du protocole expérimental, b) Courbes de températures obtenues sur la surface de la longueur utile de l'éprouvette, c) Eprouvette chauffée à 600 °C dans le porte-échantillon conçu pour le traitement duplex.

Une fois l'isolation confirmée, les relevés de température au moyen d'une caméra thermique (VarioCAM® hr head de la société InfraTec) permettent de déterminer la température atteinte en surface selon la valeur du courant électrique délivrée par l'alimentation. La Figure IV. 15a présente la

disposition du protocole expérimental. La caméra thermique est disposée au-dessus du porte-échantillon contenant une éprouvette. La Figure IV. 15b présente l'évolution de la température sur la surface de la longueur utile de l'éprouvette tandis que la Figure IV. 15c présente une photographie d'une éprouvette chauffée aux alentours de 600 °C sur laquelle est observé un gradient de température d'après la couleur locale du rayonnement de l'éprouvette.

La température relevée à la surface de l'éprouvette sur la Figure IV. 15b montre une température stable le long de la zone utile de l'éprouvette. Il apparaît néanmoins que plus le courant utilisé est élevé, plus la différence de température entre le centre de l'éprouvette et les extrémités de la zone utile augmente. Cela est dû à la dispersion thermique, également observée sur des systèmes industriels utilisant cette même méthode de chauffage (Zhang et al., 2010 - machine Gleeble).

Le chauffage de l'éprouvette au moyen du passage d'un courant électrique étant fonctionnel, il est nécessaire de le tester lors du traitement SMAT pour s'assurer du bon fonctionnement du traitement duplex. Durant les premiers essais de l'emploi du SMAT lors du chauffage par passage d'un courant électrique, il est apparu un phénomène imprévu. La température à la surface de l'éprouvette chute à partir du moment où la sonotrode entre en vibration, et ce, quelle que soit la distance séparant la surface de l'éprouvette de la sonotrode. Ce phénomène est visible directement à l'œil nu par la chute du rayonnement de l'éprouvette lors de la vibration de la sonotrode. Des mesures de températures ont été entreprises afin de déterminer d'une part la chute réelle de température à la surface de l'éprouvette et d'autre part, de comprendre le phénomène physique conduisant à cette chute de température.

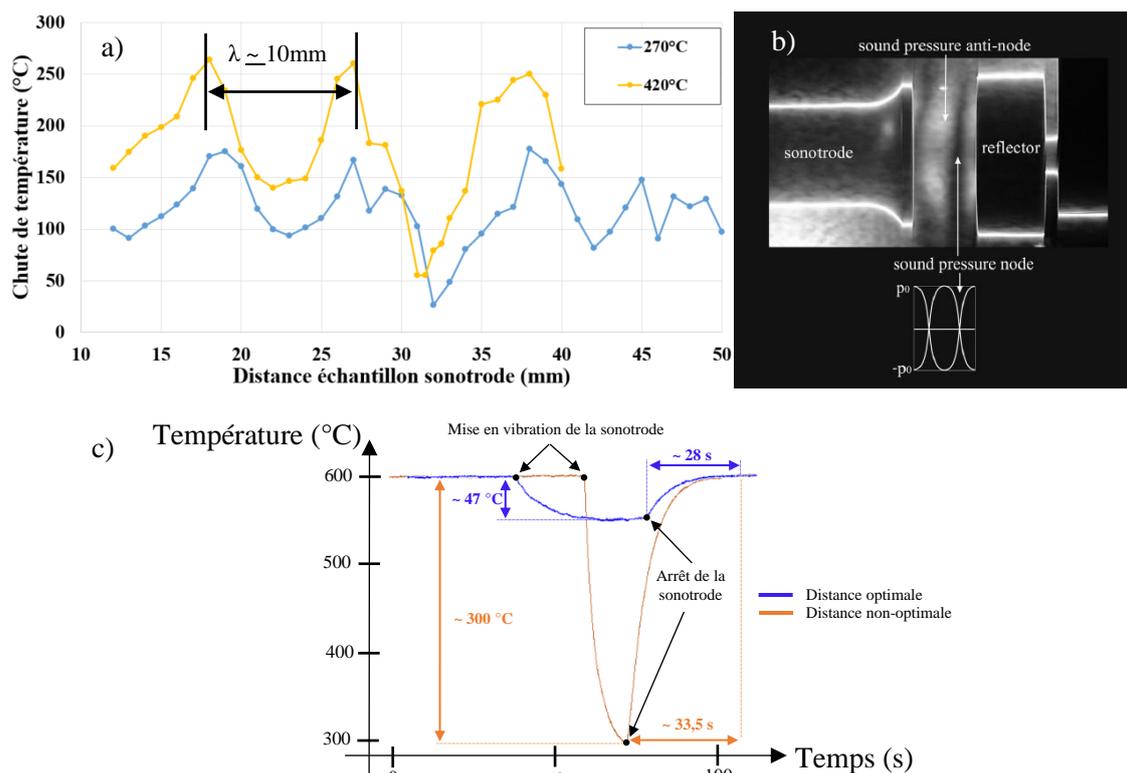


Figure IV. 16 : a) Chute de température (Tconsigne – Tréelle) de la surface de l'éprouvette en fonction de la distance séparant l'échantillon de la sonotrode, b) Illustration optique obtenue par strioscopie du champ de pression généré par la vibration d'une sonotrode (Simon et al., 2013), c) Variations de température sur une éprouvette chauffée à 600°C sous laquelle la sonotrode est mise en vibration (sans billes) à une distance de l'éprouvette dite optimale ou non-optimale.

La Figure IV. 16a présente les courbes de chute de température (Tconsigne – T réelle), pour une même amplitude de vibration de la sonotrode, du point le plus haut en température relevé à la surface de l'éprouvette pour deux températures de surface initiales (Tconsigne) différentes. Il apparaît pour les deux cas que la chute de température suivant la distance séparant l'échantillon de la sonotrode se

présente sous la forme d'une sinusoïde. Dans les deux cas, la chute minimale de température (inférieure ou égale à 50°C) est observée pour une distance de l'ordre de 31.5 mm entre l'éprouvette et la sonotrode.

Cette forme sinusoïdale observée sur la Figure IV. 16a peut être expliquée. En effet, lorsque la sonotrode vibre à la fréquence de 20 kHz, cela induit la formation d'un champ de pression présentant également la forme d'une sinusoïde, comme illustré sur la Figure IV. 16b. Ainsi, ce champ de pression va présenter des points locaux sur lesquels la pression est supérieure ou inférieure à la pression atmosphérique. Lorsque cela est le cas, le mouvement d'air généré par la différence de pression autour de l'éprouvette entraîne alors un refroidissement plus ou moins rapide. Le fait qu'il ne soit observé qu'un seul point minimal de chute de température sur la Figure IV. 16a est étrange du fait du caractère sinusoïdal de la chute de température mais cela peut s'expliquer par le fait que la géométrie du porte-échantillon impacte également l'interaction entre le champ de pression et l'éprouvette.

Un autre point montrant l'impact de la géométrie du porte-échantillon sur la sinusoïde concerne la longueur d'onde. En effet, il peut être déterminé à partir de la Figure IV. 16a une longueur d'onde de l'ordre de 10mm. Or, celle-ci devrait être de l'ordre de 17mm ( $\lambda=c/f$ ,  $c = 346$  m/s à température ambiante,  $f = 20$ kHz) en prenant en compte la vitesse du son dans l'air à une température de 25°C (T ambiante). Même si la température de l'air est en réalité plus élevée que la température ambiante du fait de l'échauffement de l'éprouvette, la vitesse du son dans l'air serait alors augmentée, augmentant également la longueur d'onde.

La Figure IV. 16c permet de montrer la chute brutale de température dans le cas d'une distance non-optimale entre l'échantillon (chauffé à 600°C) et la sonotrode. Il apparaît qu'une fois que la sonotrode est mise en mouvement, la température à la surface de l'éprouvette chute d'environ 300°C en l'espace d'une dizaine de secondes. A l'inverse, en configurant la distance optimale, la température ne chute que de 47°C avec une évolution de cette chute moins brutale que dans le cas d'une distance non-optimale. Une fois la sonotrode stoppée, la température de l'éprouvette revient à 600°C en l'espace de 30 s environ.

Ainsi, les traitements duplex réalisés par la suite seront effectués avec une distance entre l'éprouvette et la sonotrode de 31.5 mm. Cela permet de garantir la plus faible perte de température durant la mise en fonctionnement de la sonotrode et donc durant le traitement SMAT.

Pour terminer, les différents paramètres du traitement SMAT et de la température employés lors du traitement duplex par la méthode du passage d'un courant électrique sont présentés dans le Tableau IV. 4. Deux températures (en plus de la température ambiante) sont étudiées. De plus, l'intensité du traitement SMAT est plus prononcée que pour le traitement duplex effectué au moyen des lampes à infrarouge (voir Tableau IV. 1). En effet, l'espace environnant le porte-échantillon duplex n'a pas à être confiné dans une enceinte comme cela était le cas pour le système de traitement duplex précédent. Une charge peut donc être imposée à la surface du porte-échantillon pour le bloquer et ainsi permettre d'utiliser une amplitude de vibration de la sonotrode plus importante.

Traitement	SMAT
Durée de traitement (min)	10
Diamètre (mm)	3
Amplitude (µm)	25

Traitement	Thermique
Condition	Ambiante / 200 / 400
Température (°C)	Ambiante / 200 / 400

**Tableau IV. 4 : Conditions de SMAT et de température employées lors du traitement duplex SMAT/TT utilisant comme mode de chauffage le passage d'un courant électrique.**

La mise au point du traitement duplex au moyen du passage d'un courant électrique a permis de valider son utilisation. Les limitations qu'imposait le système précédent énumérées au début de cette section ont été palliées. Le chauffage par effet Joule est une méthode pour élever la température d'une éprouvette de manière bien plus rapide qu'avec des lampes à infrarouge. Le temps nécessaire pour élever la

température d'une éprouvette en acier 316L SLM à 400°C avec le passage d'un courant électrique n'a pas été mesuré exactement mais est inférieur à une minute.

Les différents traitements duplex SMAT/TT réalisés avec cette technique de mise en température ainsi que les propriétés mécaniques résultantes de l'acier 316L SLM sont présentés dans la section suivante.

### IV.3.3 Propriétés mécaniques obtenues

A l'aide du dispositif de mise en température employant le passage d'un courant électrique présenté dans la section IV.3.2, plusieurs conditions de traitements ont été étudiées. Le Tableau IV. 5 présente les différentes conditions étudiées dans le cadre du second post-traitement duplex, à savoir, brute (AB), SMATé (S), traité par passage d'un courant électrique (ET) et traité par le post-traitement duplex (S&ET). Les conditions du traitement SMAT et du traitement de recuit sont présentées dans le Tableau IV. 4.

Dénomination du traitement	SMAT	Passage d'un courant électrique
AB (As-built)	-	-
S	✓	-
ET (Electro-Treated)	-	✓
S&ET	✓ ←	→ ✓

**Tableau IV. 5 : Différentes conditions étudiées dans le cadre du second post-traitement duplex de la section IV.3.2. Dans le cas d'un double traitement réalisé de façon successive, le chiffre indique quel traitement est effectué en premier.**

Une fois les éprouvettes traitées suivant les différentes conditions du Tableau IV. 5, les propriétés mécaniques ont été étudiées.

La Figure IV. 17 présente l'état de surface des quatre conditions étudiées (AB, S, S&ET(200°C), S&ET(400°C)). La rugosité a pu être drastiquement réduite avec les différents traitements et il apparaît que le cas S&ET(400°C) présente une rugosité supérieure par rapport au cas S et S&ET(200°C). Il avait été montré précédemment sur la Figure IV. 5 que la rugosité était la plus faible pour le traitement duplex S&HT réalisé à 400°C avec un chauffage par lampes à infrarouge. Cependant, les conditions du traitement SMAT ne sont pas les mêmes entre le traitement opéré avec le post-traitement duplex utilisant les lampes à infrarouge et celui-ci employant le passage d'un courant électrique. Dans le cas présent, l'amplitude de vibration de la sonotrode étant plus importante, pour une même température de chauffage (400°C), les vitesses d'impact des billes sont donc plus importantes ce qui peut conduire à une rugosité finale Ra légèrement plus élevée, égale à 1.9 µm ici contre 1.37 µm dans le cas du premier type de traitement duplex (chauffage par lampes à infrarouge). Cette légère augmentation de la rugosité peut s'expliquer par le fait que la rugosité a, dans un premier temps, atteint une valeur minimale avant d'augmenter légèrement du fait des forts impacts à la surface.

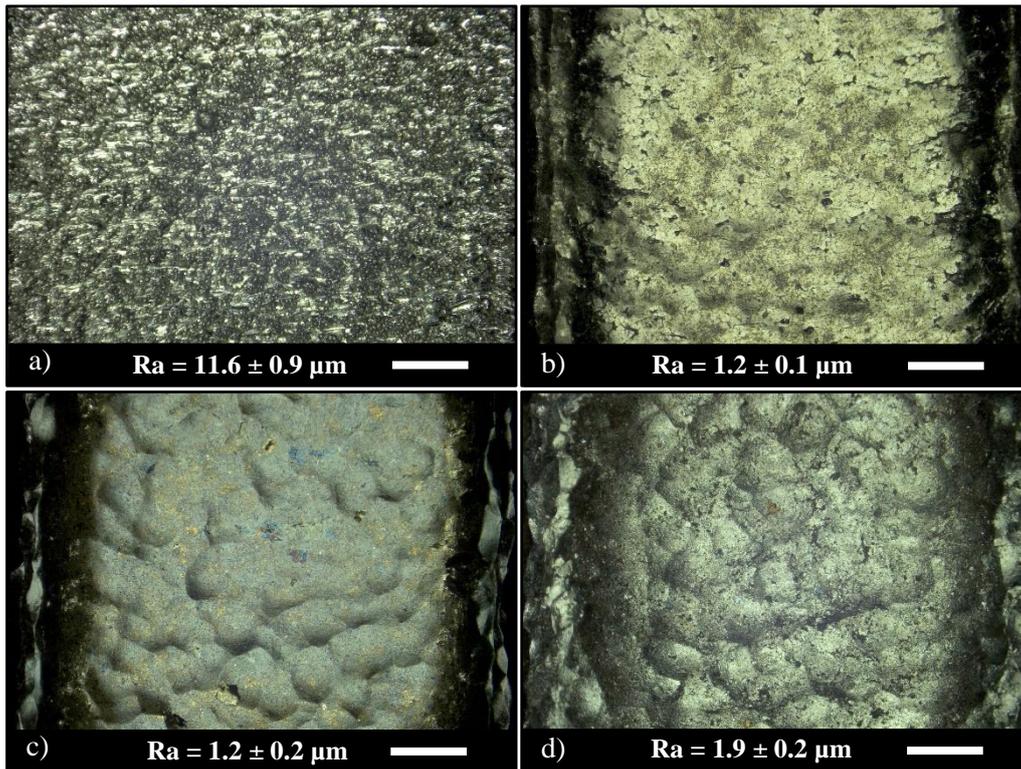


Figure IV. 17 : Images numériques de la surface des éprouvettes en acier 316L SLM a) AB, b) S, c) S&ET(200°C), d) S&ET(400°C).

L'observation de la surface des échantillons par MEB permet d'obtenir d'autres détails sur l'état de surface généré suite aux différentes conditions appliquées. Comme observé à plusieurs reprises dans ce travail, la Figure IV. 18a présente l'état de surface du cas brut de fabrication SLM (AB, as-built). La surface est caractérisée par des particules de poudre partiellement fondues, de différentes tailles présentes à la surface (Figure IV. 18b). Les surfaces des échantillons ET200 et ET400 étant similaires à la surface de l'état AB, celles-ci ne sont pas présentées.

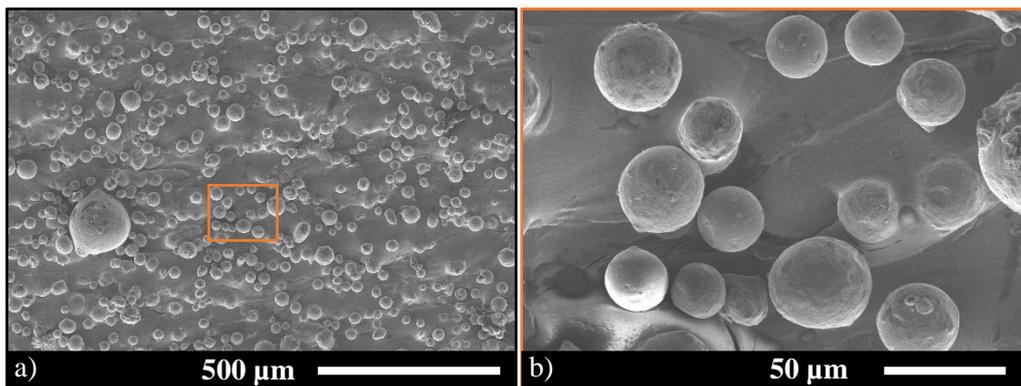


Figure IV. 18 : Images MEB de la surface de la condition AB (as-built) a) vue globale, b) agrandissement de la zone repérée en a).

Le cas S présente un état de surface bien plus régulier, comme le montre la Figure IV. 19a. Par ailleurs, comme il avait été observé précédemment, certains endroits de la surface n'ont été que partiellement impactés par le SMAT (voir Figure IV. 19b). Dans ces zones, il y apparaît, comme le montre la Figure IV. 19c, la présence de bandes de glissement.

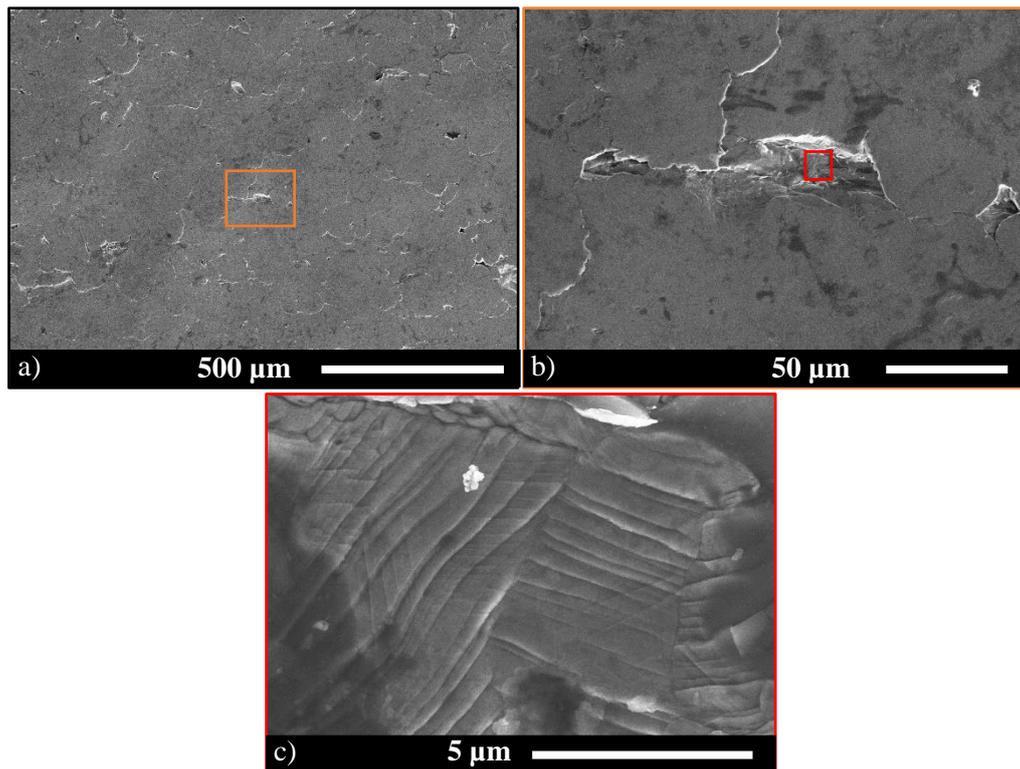


Figure IV. 19 : Images MEB de la surface de la condition S a) vue globale, b) zone partiellement impactée, c) agrandissement de la zone en b).

De la même façon, le cas S&ET200 présente un état de surface similaire au cas S, avec une surface régulière et des zones partiellement impactées (Figure IV. 20a et b). Les bandes de glissement en surface sont toujours visibles (Figure IV. 20c), bien que moins discernables que dans le cas S.

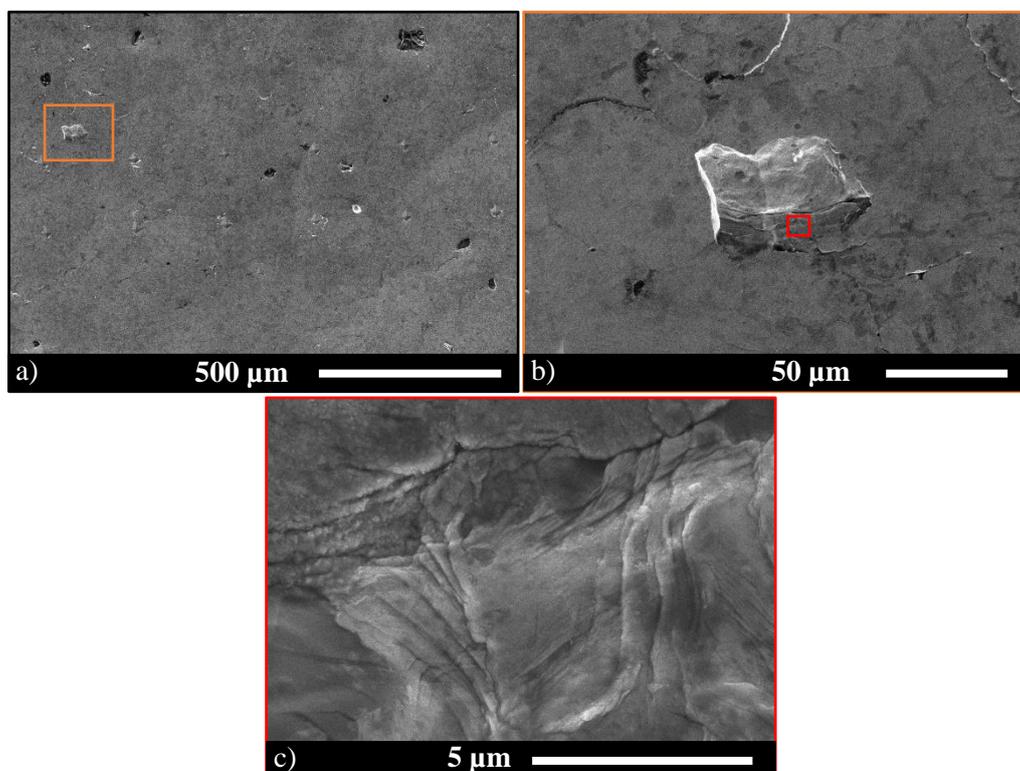
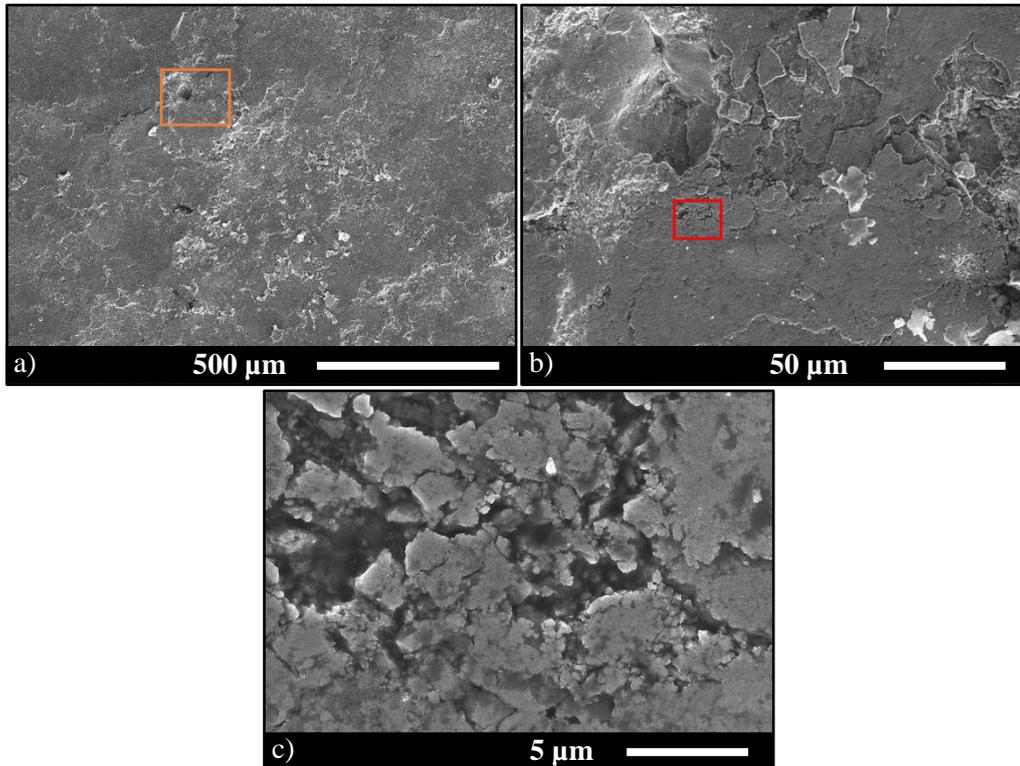


Figure IV. 20 : Images MEB de la surface de la condition S&ET200 a) vue globale, b) zone partiellement impactée, c) agrandissement de la zone repérée en a) et b).

Au contraire, la Figure IV. 21a permet de constater que le cas S&ET400 présente une surface avec bien plus d'irrégularités que les cas S et S&ET200. Cela permet de confirmer les valeurs de rugosité obtenue précédemment. Les bandes de glissement ne sont plus observables en surface, cette dernière étant partiellement oxydée, comme la montre la Figure IV. 21c (aspect de la surface similaire à la surface d'acier 316L entièrement oxydée, Wonneberger et al. 2019).



**Figure IV. 21 :** Images MEB de la surface de la condition S&ET400 a) vue globale, b) zone partiellement impactée (rectangle orange de a), c) agrandissement du rectangle rouge de b).

L'analyse des profils de micro-dureté sur la Figure IV. 22 permet de constater l'effet des différents traitements sur la zone proche de la surface des échantillons. Il apparaît que l'échantillon S&ET(200°C) présente les valeurs de micro-dureté les plus élevées dans l'épaisseur, suggérant que le traitement SMAT couplé avec le passage d'un courant électrique a écroui l'entière section de l'éprouvette (d'épaisseur 1mm).

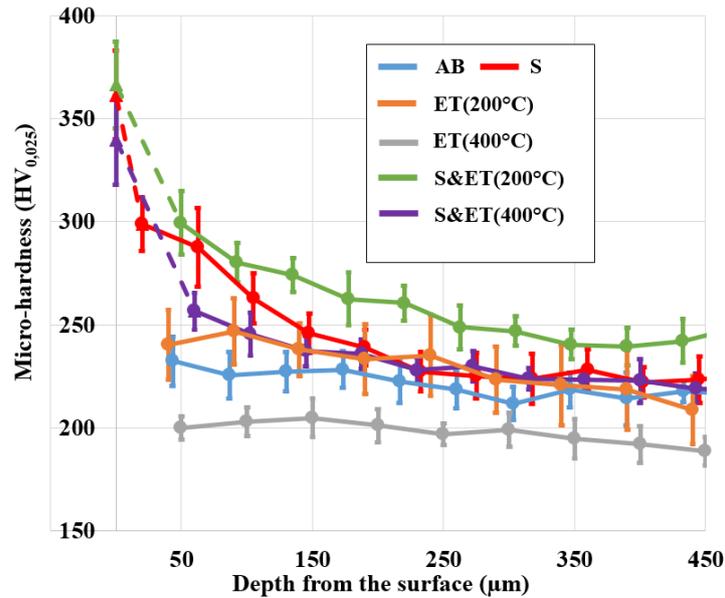


Figure IV. 22 : Profils de micro-dureté dans une demie-section de différents échantillons.

Le profil de micro-dureté de la condition ET(200°C) présente des valeurs plus élevées que la condition brute (AB). Cette observation est en accord avec la littérature dans laquelle des augmentations de valeur de micro-dureté ont été observées après l'utilisation du passage d'un courant électrique en mode continu (Shu et al., 2020). Cela explique également que l'échantillon S&ET(200°C) présente les valeurs de micro-dureté les plus élevées dans toute l'épaisseur de l'échantillon, l'effet du SMAT et du passage du courant électrique se combinant. A l'inverse, la condition ET(400°C) présente la plus faible micro-dureté dans toute la section de l'échantillon. Contrairement au cas ET(200°C), l'effet Joule produit à 400°C a eu une influence plus importante sur l'échantillon que l'effet athermique du passage du courant électrique, ce qui a conduit à la diminution de la micro-dureté dans toute la section de l'échantillon. La Figure IV. 11 avait présenté ce phénomène.

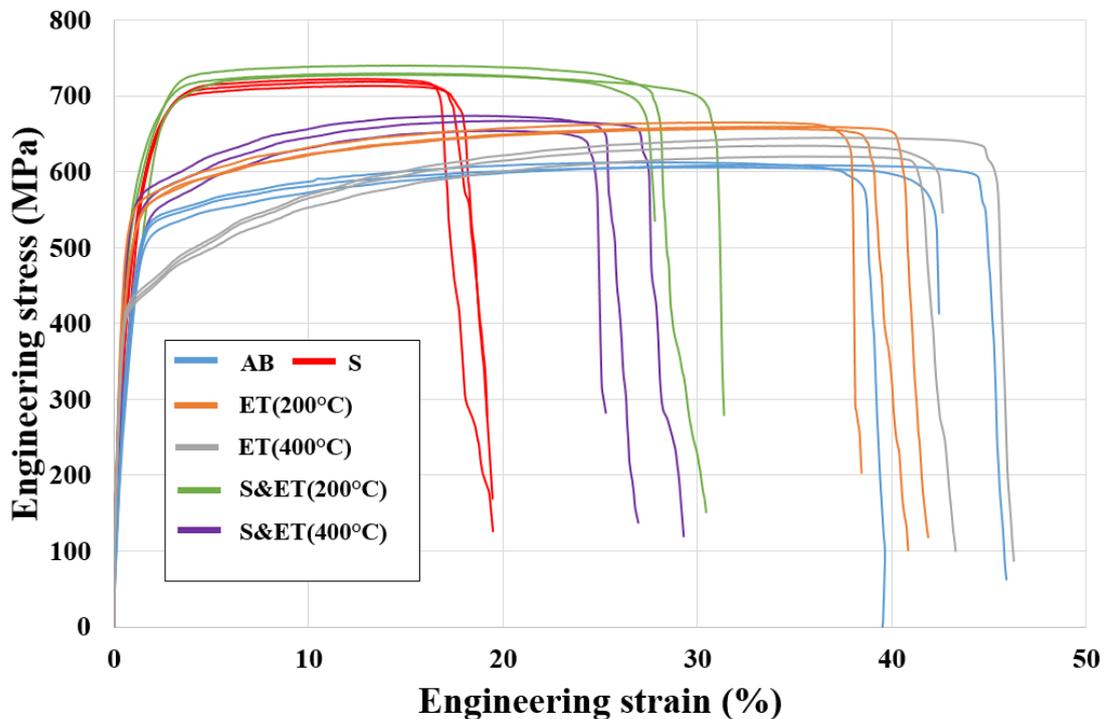


Figure IV. 23 : Courbes de traction obtenues suivant les différents traitements opérés.

Pour terminer, les propriétés mécaniques obtenues en traction avec ce post-traitement duplex (S&ET) sont confrontées aux autres cas d'études. La Figure IV. 23 présente les courbes de traction obtenues suivant les différentes conditions étudiées.

Condition	Limite en traction (MPa)		Limite d'élasticité (MPa)		Allongement à rupture (%)	
AB	609 ± 3		508 ± 3		43 ± 3	
ET(200°C)	660 ± 8	+4%	550 ± 6	+8%	40 ± 2	-5%
ET(400°C)	633 ± 12	+12%	425 ± 7	-16%	44 ± 2	+3%
S	705 ± 20	+16%	632 ± 25	+25%	19.4 ± 0.2	-55%
S&ET(200°C)	722 ± 23	+18%	668 ± 10	+32%	30 ± 2	-30%
S&ET(400°C)	665 ± 10	+9%	550 ± 8	+8%	27 ± 2	-36%

**Tableau IV. 6 : Propriétés mécaniques de traction obtenues suivant les différents traitements opérés. La variation en pourcentage des propriétés mécaniques de chaque condition par rapport à l'état brut de fabrication SLM est également précisée.**

Le Tableau IV. 6 répertorie les valeurs des propriétés mécaniques des courbes de traction de la Figure IV. 23. Le traitement SMAT effectué à température ambiante (S) permet une augmentation des propriétés mécaniques ainsi qu'une diminution de l'allongement à rupture par rapport à l'état brut (AB). Cette diminution de l'allongement à rupture est suffisamment importante pour que l'application du post-traitement duplex (S&ET) puisse potentiellement révéler son efficacité à minimiser cette diminution.

Tout d'abord, les conditions employant l'application du passage d'un courant électrique (ET) suivant deux températures présente deux conclusions différentes. Suivant la condition ET(200°C), les propriétés mécaniques sont améliorées par rapport à l'état AB. Au contraire, la condition ET(400°C) détériore ces propriétés. La variation de la micro-dureté observée sur la Figure IV. 22 laissait présager ce résultat. En effet, il avait été dit lors de l'état de l'art effectué sur le passage d'un courant électrique que celui-ci pouvait amener à une augmentation ou une diminution des propriétés mécaniques suivant les conditions d'utilisation du courant (voir Figure IV. 11). Cela est démontré par les conditions ET(200-400°C). A une température de 200°C, l'effet thermique n'est pas suffisant pour être prépondérant devant l'effet athermique, ce qui génère un écrouissage de tout l'échantillon et donc une augmentation des propriétés mécaniques. A l'inverse, à une température de 400°C, l'effet thermique devient prépondérant devant l'effet athermique et cela doit avoir pour conséquence de diminuer la densité de dislocations dans l'échantillon. Cela amène ainsi à une diminution de la micro-dureté dans tout l'échantillon et donc à une diminution des propriétés mécaniques.

De plus, le même état de l'art indiquait que le passage d'un courant électrique permet d'arriver à des conclusions semblables qu'avec l'utilisation d'un four conventionnel mais avec un temps de maintien et une température de traitement plus faibles. En utilisant les données recueillies dans le chapitre III concernant les propriétés mécaniques d'un acier 316L SLM après un traitement thermique à 400°C durant 1h dans un four conventionnel, le Tableau IV. 7 conduit à cette conclusion.

Condition	Micro-dureté (HV <sub>0.025</sub> )	Limite d'élasticité (MPa)	Allongement à rupture (%)
Recuit 400°C – 1h	216 ± 15.7	531 ± 18	36.5 ± 5
Recuit 1000°C – 1h	185 ± 4	410 ± 4	48 ± 2
ET(200°C) – 20 min	229.5 ± 12	550 ± 6	40 ± 2
ET(400°C) – 20 min	198 ± 5	425 ± 7	44 ± 2

**Tableau IV. 7 : Propriétés mécaniques obtenues suivant un traitement opéré dans un four conventionnel pendant 1 h à 400°C par rapport à un traitement par passage d'un courant électrique de 20 min à 200 ou 400 °C.**

Le Tableau IV. 7 montre les propriétés mécaniques obtenues sur un acier 316L SLM après un traitement thermique opéré avec un four conventionnel durant 1 h ainsi que par le traitement par passage d'un courant électrique de 20 min à 200 ou 400 °C. Il apparaît que le traitement ET(200°C) effectué durant 20 min permet d'atteindre des propriétés mécaniques plus élevées que le traitement de recuit à 400°C

pendant 1h. De plus, le traitement ET(400°C) génère un abaissement des mêmes propriétés par rapport au traitement de recuit à 400°C pendant 1h. Les propriétés mécaniques atteintes sont similaires à celles obtenues après un recuit par four conventionnel à 1000°C durant 1 h. Ces résultats montrent ainsi la plus grande influence du traitement par passage d'un courant électrique par rapport à un traitement thermique conventionnel sur les propriétés mécaniques de l'acier 316L SLM.

Pour terminer la description des propriétés mécaniques du Tableau IV. 6, les conclusions énoncées plus haut concernant les traitements ET(200-400°C) sont transposables aux conditions S&ET(200-400°C). La condition S&ET(400°C) conduit à une limite d'élasticité particulièrement basse pour un échantillon ayant été SMATé. Le passage du courant électrique, induisant un effet thermique bien plus prononcé que l'effet athermique, a réduit l'impact du traitement SMAT sur les propriétés mécaniques. Les dislocations créées lors des impacts de billes par SMAT sont annihilées par le passage du courant électrique induisant un effet Joule à 400°C. Au contraire, la condition S&ET(200°C) génère les meilleures propriétés mécaniques (limite d'élasticité, limite de traction ainsi qu'allongement à rupture). L'application en simultané du SMAT et du passage d'un courant électrique pour la condition S&ET(200°C) permet d'écrouir toute la section de l'échantillon sans que l'un des deux traitements constitutifs du post-traitement duplex ne minimise l'effet de l'autre, comme cela est le cas pour la condition S&ET(400°C).

Une question reste en suspens : pourquoi le cas S&ET(200°C) génère un allongement à rupture plus important que le cas simplement SMATé (S) ?

Pour expliquer l'allongement à rupture supérieur pour le cas S&ET(200°C), il est nécessaire de revenir sur la raison pour laquelle la ductilité est fortement diminuée après le traitement SMAT, comme l'atteste le cas S de la Figure IV. 23. Il avait été montré par (Chen et al., 2005) que la courbe de traction d'une couche nanocristalline en acier 316L obtenue par SMAT a une ductilité inférieure à 3%, justifiée par l'incapacité des nanograins à stocker les dislocations. Par ailleurs, (Petit et al., 2012) ont montré par un modèle multicouche que le comportement d'un acier traité par SMAT peut être déterminé en fonction du comportement de chacune des couches qui le constituent (couche centrale, couche de transition, couche nanocristalline). Plus la couche est proche de la surface traitée par SMAT, plus elle a subi un écrouissage important et donc moins elle est ductile. Cette limitation de la ductilité des couches proches de la surface induit une diminution globale de la ductilité totale de l'échantillon.

Dans notre cas, le passage d'un courant électrique a été déterminant dans l'amélioration de la ductilité de l'échantillon S&ET(200°C). Comme il a été vu précédemment, l'effet athermique du passage du courant électrique permet d'écrouir l'échantillon dans toute sa section (voir Figure IV. 22). Cet écrouissage permet de réduire la différence de micro-dureté entre la surface de l'échantillon ayant subi le couplage SMAT/passage du courant électrique et le centre de l'échantillon n'ayant subi que le passage du courant électrique (le SMAT n'agissant qu'en sous-couche). En utilisant les données de micro-dureté relevées à environ 50 µm de la surface et au centre de l'échantillon pour chaque cas de la Figure IV. 22 et l'allongement à rupture déterminé à partir des courbes de traction de la Figure IV. 23, la Figure IV. 24 a été construite. Cette figure présente, pour chaque cas, l'allongement à rupture en fonction de la différence de micro-dureté relevée à 50 µm de la surface et au centre. Les écarts-types de différence de micro-dureté associés à chaque valeur sur la Figure IV. 24 peuvent paraître grossiers. Néanmoins, dans le cas d'une soustraction, la valeur de l'écart-type de la différence est égale à la somme des valeurs absolues des termes de la soustraction. Ainsi, dans notre cas, avec un écart-type de l'ordre de 10 HV<sub>0.025</sub> associé à chaque valeur de micro-dureté sur la Figure IV. 22, une différence de valeur amène à un écart-type de l'ordre d'une vingtaine de HV<sub>0.025</sub>.

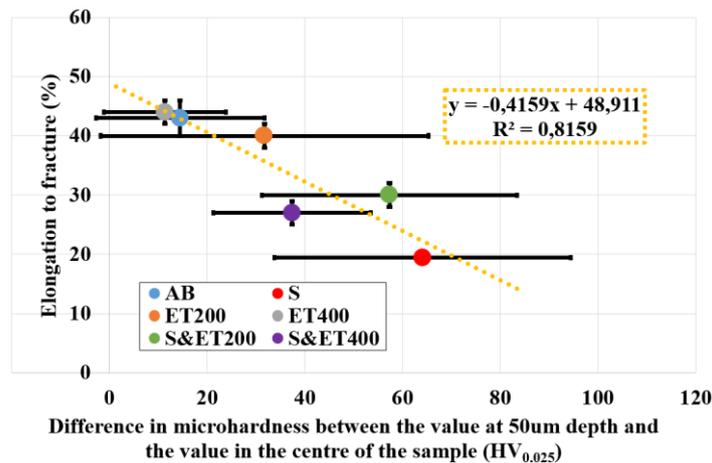


Figure IV. 24 : Allongement à rupture en fonction de la différence de micro-dureté entre la surface (à 50 µm de profondeur) et le centre de l'échantillon pour chaque condition.

Les points expérimentaux sur la Figure IV. 24 laissent apparaître une corrélation. Plus la différence de micro-dureté est grande, plus l'allongement à rupture de l'échantillon est faible. Cette figure illustre bien le phénomène décrit précédemment : plus la différence en termes d'écrouissage entre la sous-couche d'un échantillon et son centre est grande, plus sa ductilité est réduite. La capacité de stockage des dislocations en sous-couche étant limitée par son niveau d'écrouissage, plus ce niveau est grand, plus la ductilité globale de l'éprouvette est limitée. Ainsi, lorsqu'un échantillon simplement SMATé (S) possède une forte différence de micro-dureté entre sa sous-couche et son centre, minimisant ainsi la ductilité totale de l'échantillon, l'échantillon S&ET(200°C) présente une plus faible différence de micro-dureté entre la surface et le centre, du fait de l'écrouissage produit par l'effet athermique du passage du courant électrique. Ceci permet d'expliquer d'une part les meilleures propriétés mécaniques obtenues et également la plus grande ductilité.

#### IV.4 Discussion sur le choix de la méthode de mise en température

Cette section présente les autres méthodes de mise en température qui avaient été envisagées pour effectuer le traitement duplex SMAT/TT. En effet, la méthode du passage d'un courant électrique n'est pas la seule à permettre d'élever la température d'une éprouvette. Chaque méthode sera décrite suivant ses avantages et ses inconvénients qui sont résumés dans le Tableau IV. 8.

Pour contextualiser de nouveau, le traitement SMAT employé sur des éprouvettes en acier 316L SLM a montré sa capacité à améliorer significativement les propriétés mécaniques de cet acier. Néanmoins, la ductilité des éprouvettes est également impactée. La ductilité est d'autant plus diminuée que le traitement SMAT appliqué est sévère. Ainsi, il avait été décidé d'étudier l'utilisation d'un traitement thermique en simultané du SMAT, correspondant au traitement duplex SMAT/TT. Cette démarche avait pour objectif de permettre de minimiser la chute de ductilité qu'implique le traitement SMAT seul. Les résultats présentés au cours de ce chapitre ont montré le succès de cette démarche, comme le montre la Figure IV. 23.

L'emploi du système de lampes à infrarouge constituant le premier système duplex présenté dans ce chapitre découle du fait que ce système était déjà existant au LASMIS. L'utilisation de ce système a permis de mettre en lumière les limitations/contraintes qu'impose cette méthode de mise en température. La nécessité de disposer d'une enceinte isolante impose un temps de traitement des éprouvettes relativement long du fait de la lente montée en température de l'enceinte et donc de l'échantillon. Cette enceinte empêche également d'avoir un visuel sur l'échantillon et, dès lors que l'enceinte est placée, aucune observation à la surface de l'éprouvette durant le traitement n'est possible (relevé de température par exemple). L'emploi d'une enceinte implique de plus que les autres éléments constitutifs du système

sont chauffés. En effet, la température de la sonotrode et de la chemise en acier sont également augmentées. A une température de 400°C, aucun problème n'est survenu lors du fonctionnement du SMAT mais dans le cas d'une utilisation de ce système à une température plus élevée, la question de sécurité concernant ces appareils doit être soulevée. La dilatation thermique aurait pour conséquence de mettre en contact la chemise en acier et la sonotrode (espacée d'une distance inférieure au millimètre à température ambiante). Le contact de la chemise en acier et de la sonotrode peut être fatal pour cette dernière. Hormis ces limitations, les effets du système de chauffage via les lampes à infrarouge ou via des résistances comme dans un four conventionnel sur des matériaux métalliques sont bien connus et largement employés dans l'industrie. Ce système de chauffage permet d'obtenir une température uniforme dans tout l'échantillon, et ce, quel que soit son volume. Cela empêche ainsi toute déformation générée par un gradient de température trop important dans l'éprouvette.

Comme il a été vu précédemment, les résultats obtenus avec l'utilisation des lampes à infrarouge ont permis de conclure à l'efficacité de l'emploi du traitement thermique en simultané du SMAT. Néanmoins, des améliorations sur les paramètres d'application du traitement SMAT étaient nécessaires pour obtenir des résultats plus convaincants. En effet, l'amplitude de vibration de la sonotrode est obligatoirement réduite du fait de l'impossibilité de déposer une charge suffisamment lourde sur le porte-échantillon dans le peu d'espace restant à l'intérieur de l'enceinte.

Dès lors, pour le deuxième système de traitement thermique, les limitations décrites précédemment devaient être résolues. La limitation la plus importante était celle restreignant l'emploi d'une amplitude de vibration élevée. Cela entraîne un niveau de sévérité du traitement SMAT modérée/faible qui ne permet pas de faire chuter significativement la ductilité de l'échantillon après SMAT. Sans une chute marquée de la ductilité par SMAT, l'application du traitement duplex pour diminuer cette chute de ductilité ne peut pas être révélatrice de l'effet positif de la température sur la ductilité.

Ainsi, l'emploi d'une enceinte doit être proscrite. De là, deux méthodes de chauffage sont possibles : le chauffage par induction ou par passage du courant électrique. Dans les deux cas, la mise en température est rapide. Concernant le chauffage par induction, une problématique intervient concernant la mise en température unique de l'éprouvette. Le système SMAT est constitué de matériaux conducteurs (sonotrode, chemise en acier), de même que le porte-échantillon en acier et les billes employées pour le traitement SMAT. Ces matériaux sont ainsi susceptibles d'être également chauffés par le champ électromagnétique employé lors du chauffage par induction. Cela ne permet pas de garantir un chauffage uniquement appliqué à l'éprouvette.

Au contraire, le chauffage par passage d'un courant électrique permet de limiter le chauffage à l'éprouvette seule. Cette technique a l'avantage de pouvoir être mise en place rapidement. En effet, seule une alimentation reliée à l'éprouvette est nécessaire pour chauffer celle-ci. Ce système n'est néanmoins pas exempt de limitations. La température relevée à la surface de l'échantillon en acier 316L SLM au cours de cette étude a montré une hétérogénéité le long de la longueur utile de l'éprouvette, au fur et à mesure de l'augmentation de l'ampérage (Figure IV. 15b). De plus, l'alimentation utilisée dans cette étude n'a pas permis de chauffer au même niveau les autres éprouvettes à disposition (parallélépipédiques et de fatigue). La section des éprouvettes parallélépipédiques et de fatigue étant bien plus élevée que celle de traction, l'énergie nécessaire à leur échauffement est plus conséquente et l'alimentation employée à son niveau de courant maximal (75A) n'était pas suffisante.

## Chapitre IV : Mise au point d'un traitement duplex thermo-mécanique (SMAT/TT)

Systeme	Résistance/Lampes à infrarouge	Induction	Passage d'un courant électrique
Avantages	Effets de la mise en température sur les échantillons connus	Mise en température rapide (de l'ordre de la minute)	Mise en température appliquée uniquement à l'éprouvette
	Mise en température uniforme quelle que soit la section de l'échantillon		Mise en température rapide (de l'ordre de la minute)
Inconvénients	Nécessité d'employer une enceinte pour effectuer le traitement thermique	Eléments constitutifs du traitement SMAT en matériaux conducteurs (sonotrode, billes et chemise)	Température non uniforme le long de l'échantillon
	Chauffage inévitable des autres éléments constitutifs du traitement SMAT		
	Mise en température lente de l'échantillon (de l'ordre de l'heure)		Mise en température non adaptée à des échantillons de sections importantes (> 5mm <sup>2</sup> )

**Tableau IV. 8 : Récapitulatif des avantages/inconvénients des différentes techniques de mise en température envisagées dans cette étude.**

Ainsi, la méthode de passage d'un courant électrique utilisée dans cette étude possède des limitations mais le choix de son utilisation est le résultat de plusieurs facteurs, à savoir :

- la facilité d'application : les avantages et inconvénients décrits dans les paragraphes précédents et résumés dans le Tableau IV. 8 montrent que la méthode de passage d'un courant électrique est le système possédant le moins d'inconvénients comparativement aux autres.
- limiter le temps nécessaire à la mise au point de cette méthode : le système de mise en température devait pouvoir être mis au point rapidement au cours de la thèse. La limitation de la conception au seul porte-échantillon permettant le passage du courant électrique et l'application du traitement SMAT en simultanée a permis un gain de temps.
- limiter les dépenses liées à la mise au point de cette méthode : Le système de mise en température par passage d'un courant électrique n'a nécessité que l'achat d'une alimentation, le reste du matériel (porte-échantillon, isolant, câbles) étant réalisé/obtenu directement en interne au laboratoire.

La méthode de mise en température par passage d'un courant électrique est celle la plus adaptée à l'utilisation faite au cours de cette étude. Des pistes d'améliorations pour augmenter l'efficacité de son utilisation sont possibles. La puissance de l'alimentation doit pouvoir être augmentée afin de traiter des éprouvettes ayant un volume plus important que celui des éprouvettes de traction de cette étude. L'isolation du système, en termes de déperditions thermiques, doit également être mieux considérée afin de permettre un chauffage de l'éprouvette uniforme tout le long de sa section.

### IV.5 Conclusion

Dans ce dernier chapitre, il a été étudié l'application de deux post-traitements duplex SMAT/TT ayant pour objectif de permettre de limiter la chute de ductilité générée suite au traitement SMAT seul.

La première méthode, employant un système de lampes à infrarouge a été utilisée. Cette méthode, bien que présentant des limitations révélées lors de la mise au point, a permis d'arriver à une conclusion satisfaisante. L'ajout de la température lors du SMAT est bénéfique pour les propriétés mécaniques. Néanmoins, il est nécessaire d'employer un autre système de traitement duplex afin de confirmer de manière plus convaincante la diminution de la chute de ductilité.

Pour confirmer ce point, un autre système de post-traitement duplex a été conçu et réalisé. Celui-ci emploie le passage d'un courant électrique afin de chauffer l'éprouvette par effet Joule jusqu'à une certaine température. Un porte-échantillon spécifique a été conçu afin de pouvoir employer cette méthode de chauffage en simultané du SMAT et de manière à également résoudre les précédentes limitations soulevées par l'emploi du précédent système de post-traitement duplex.

Les essais opérés avec ce nouveau système à différents niveaux de températures ont permis de montrer l'impact du traitement duplex au moyen du passage d'un courant électrique sur l'allongement à rupture des éprouvettes en acier 316L SLM. La perte d'allongement peut être limitée à l'aide de ce traitement dans une proportion non négligeable (30% par S&ET(200°C) au lieu de 55% par SMAT seul).

Afin d'illustrer l'évolution des propriétés mécaniques générée par ces différents traitements, les propriétés mécaniques des trois conditions centrales de ce travail, à savoir l'état AB, S et S&ET(200°C) (voir Tableau IV. 6) ont été ajoutées sur la Figure I.20. La Figure IV. 25 présente cette nouvelle figure. Il apparaît d'une part que les propriétés mécaniques de l'acier 316L SLM sont similaires à celles obtenues dans la littérature. En effet, notre point expérimental se situe en plein centre de la zone contenant les valeurs expérimentales des aciers 316L SLM relevées dans la littérature (zone verte).

Pour le cas S, le point expérimental se situe dans le début de la zone des échantillons post-traités (orange). Au contraire, le cas S&ET(200°C) se situe dans la zone hypothétique violette qualifiée de zone « Haute Performance (HP) ». Bien que le point expérimental S&ET(200°C) ne soit pas situé en plein centre de la zone HP, ce premier résultat montre qu'un nouveau type de traitement, le post-traitement duplex SMAT/TT alliant un post-traitement mécanique (SMAT) et thermique (recuit) permet d'y parvenir. Ces résultats ouvrent ainsi la voie à l'utilisation de ce nouveau type de traitement pour obtenir des propriétés mécaniques toujours plus élevées.

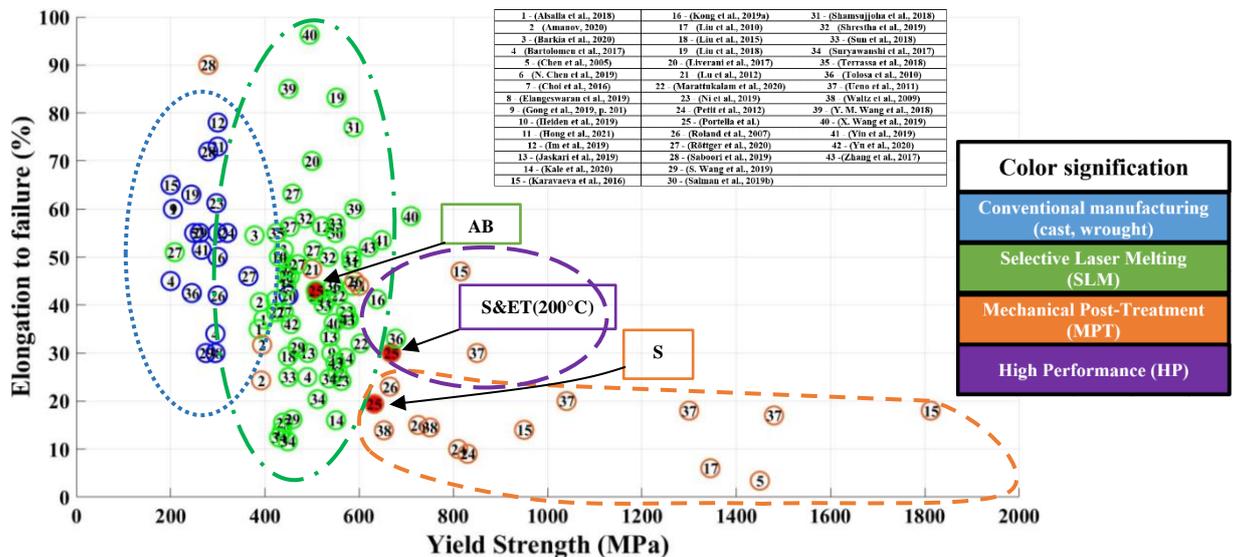


Figure IV. 25 : Allongement à rupture par rapport à la limite d'élasticité pour différents aciers 316L réalisés de manière conventionnelle (bleue), produits par SLM (vert) et soumis à un post-traitement mécanique (orange). Cette figure a été précédemment présentée dans le chapitre I. Cette figure intègre les valeurs obtenues dans cette étude (25 – Portella et al.).

## Conclusion générale

L'accroissement du nombre d'applications liées à la FA (aéronautique, spatial, médical...) découle des avantages qu'offre cette méthode de fabrication par rapport à celles usuellement employées dans l'industrie, soustractive notamment. Cette ferveur est compréhensible d'une part par les nombreux avantages qu'offre la fabrication additive et d'autre part, par la grande panoplie de procédés qui existent ainsi que le grand choix de matériaux utilisables, notamment métalliques. Néanmoins, suite à la synthèse bibliographique, plusieurs verrous scientifiques restent à être levés comme les effets des porosités, de l'état de surface ou encore des post-traitements sur les propriétés mécaniques des pièces issues de ces procédés de FA.

C'est dans ce contexte que s'inscrit ce travail. Ce projet de thèse a été initié dans le but de comprendre et de quantifier l'influence de différents post-traitements (mécanique et/ou thermique) sur la microstructure, ainsi que sur le comportement mécanique de pièces en acier 316L élaborées par voie de fabrication additive métallique - SLM.

Les effets de ces post-traitements appliqués individuellement ou de façon simultanée, ont été analysés tant sur le plan microstructural que mécanique, via des essais de traction et de fatigue. Un post-traitement duplex, alliant un traitement SMAT et un traitement thermique, a également été étudié afin d'améliorer de façon plus prononcée les propriétés mécaniques de cet acier, via notamment une diminution moins importante de la ductilité induite par le procédé SMAT.

Par conséquent, afin de quantifier l'influence de différents post-traitements, plusieurs caractérisations ont été menées et les conclusions obtenues sont les suivantes :

### *Caractérisation de la microstructure*

La microstructure brute de l'acier 316L SLM de cette étude est similaire à celle observée dans la littérature, tant au niveau des grains caractérisés par EBSD que de la structure cellulaire observée par MEB. La porosité des échantillons en acier 316L SLM, d'une valeur inférieure à 1%, est constituée de pores sphériques, de défauts de fusion ainsi que de pores débouchant en surface, le tout distribué aléatoirement.

Les traitements de recuits effectués sur l'acier 316L SLM montrent un impact négligeable sur la morphologie et la taille des grains des échantillons observés par EBSD. Néanmoins, ces observations indiquent une dépendance de la microstructure cellulaire à la température de recuit. Au-delà de 600°C, la microstructure cellulaire disparaît peu à peu jusqu'à 1000°C où elle n'est plus du tout observée.

Le traitement SMAT appliqué à l'acier 316L SLM induit en surface la formation de bandes de glissement observées sous MEB, caractéristiques d'une accumulation de dislocations. Les grains en sous-couche révèlent la présence de bandes de glissements et de macles. L'étude par tomographie X, réalisée sur des échantillons brut et SMATé, a permis de montrer que le traitement SMAT permet d'éliminer les pores sur une profondeur de ~100 µm depuis la surface de l'échantillon. L'analyse par diffraction des rayons X de l'acier 316L SLM montre une structure austénitique. Malgré l'instabilité austénitique de l'acier dans cette étude, le traitement SMAT n'a pas induit une formation prononcée de martensite. Il en ressort que la microstructure cellulaire semble être à l'origine d'un éventuel blocage de la formation de martensite. Cela a été confirmé par la présence de martensite sur l'échantillon en acier 316L SLM recuit à 1000°C (ne possédant donc plus de microstructure cellulaire) puis SMATé.

L'étude de la sous-couche de l'acier 316L SLM SMATé observée par TKD confirme la présence de nanograins en extrême surface. Néanmoins, il apparaît que cette couche est d'une épaisseur bien plus faible (<1 µm) que celle observée pour un acier 316L conventionnel SMATé sous les mêmes conditions

(~5 µm). L'analyse des différents résultats expérimentaux a montré que la microstructure cellulaire pourrait être la cause d'une capacité de nanocristallisation réduite de l'acier 316L SLM par rapport à l'acier 316L conventionnel. La microstructure cellulaire étant en effet composée de dislocations, ces dernières pourraient constituer autant d'obstacles au mouvement de nouvelles dislocations généralement introduites durant la déformation par SMAT.

### ***Caractérisation des propriétés mécaniques***

Les propriétés mécaniques (limite d'élasticité, allongement à rupture) de l'acier 316L SLM employé dans cette étude sont du même ordre de grandeur que celles relevées dans la littérature. L'état de surface des éprouvettes est caractérisé par une valeur de rugosité Ra supérieure à 10 µm. Les profils de contraintes résiduelles relevés sur l'acier 316L SLM présentent une allure similaire aux profils relevés dans la littérature, avec des contraintes résiduelles de traction en sous-couche et des contraintes résiduelles de compression à cœur.

Le traitement SMAT permet d'améliorer significativement les propriétés de la surface des aciers 316L SLM. La rugosité Ra est ainsi diminuée de plus de 90% par rapport à l'état brut de fabrication. La micro-dureté en surface est augmentée de plus de 40% et des contraintes résiduelles de compression de l'ordre de -300 MPa sont introduites à la surface de l'échantillon.

Des essais de traction montrent une augmentation de la limite d'élasticité accompagnée d'une diminution de la ductilité des échantillons en acier 316L SLM traités par SMAT. L'augmentation des propriétés mécaniques est causée majoritairement par l'introduction de nouvelles dislocations en sous-couche de l'échantillon. C'est également cette accumulation de dislocations en sous-couche qui diminue la ductilité globale des éprouvettes.

L'influence de traitements thermiques sur les propriétés mécaniques indique la forte dépendance des propriétés mécaniques de l'acier 316L SLM à la microstructure cellulaire. Cette dépendance est liée au fait que la microstructure cellulaire est composée de dislocations, constituant autant d'obstacles au mouvement des nouvelles dislocations introduites durant la déformation.

Des essais de fatigue en flexion alternée réalisés en partenariat avec l'université d'Oulu en Finlande montrent une nette amélioration de la limite d'endurance des éprouvettes traitées par SMAT (>100%). Cette amélioration est le résultat de nombreux facteurs, comme la diminution de rugosité, l'écroutissage et l'introduction de contraintes résiduelles de compression en sous-couche des échantillons. L'analyse des surfaces et des faciès de rupture des éprouvettes brutes et SMATées indiquent également une différence dans l'initiation et la propagation des fissures. Les sites d'amorçage de ces fissures dans le cas brut sont localisés en surface. Au contraire, pour le cas SMATé, les sites d'amorçage sont localisés sur des défauts en sous-couche.

### ***Caractérisation des traitements duplex SMAT/TT***

Le recours à un traitement duplex SMAT/TT a été pensé de manière à limiter la diminution de la ductilité induite par le traitement SMAT. Un premier traitement duplex SMAT/TT a été réalisé en employant des moyens déjà disponibles au sein du LASMIS. Le traitement thermique est ainsi effectué à l'aide de lampes à infrarouge. Les résultats de ce traitement duplex ont permis de montrer l'effet bénéfique de la température sur la ductilité. En effet, la diminution de la ductilité induite par le traitement SMAT seul est réduite à l'aide du traitement duplex. Néanmoins, certaines limitations de ce premier traitement duplex ont été constatées et un second traitement duplex a été conçu, mis au point et développé.

Pour le second traitement duplex, le passage d'un courant électrique est la méthode employée pour réaliser le traitement thermique en simultané du traitement SMAT. Ce traitement duplex induit deux effets dans l'échantillon. Le premier est thermique et conduit à un chauffage de l'éprouvette par

effet Joule. Le second est athermique, et agit sur la mobilité des dislocations. Un porte-échantillon spécifique a donc été conçu, testé puis validé afin de pouvoir employer cette méthode de chauffage en simultané du SMAT.

A température ambiante, l'emploi du seul traitement SMAT augmente la densité de dislocations en sous-couche exclusivement, laissant le cœur de l'échantillon intact. Ainsi, il apparaît une différence dans la capacité de stockage des dislocations entre le centre de l'éprouvette et la surface SMATée. Cela engendre, lors d'un essai de traction, une diminution globale de la ductilité étant donné que la surface de l'échantillon est en capacité bien inférieure par rapport au centre à stocker de nouvelles dislocations.

Avec le traitement duplex, l'échantillon est à la fois écroui dans toute son épaisseur et de manière plus marquée en surface du fait de la combinaison du SMAT et de l'effet athermique produit par le passage du courant électrique. Le centre de l'éprouvette et la surface présentent ainsi des capacités de stockage des dislocations plus homogènes contrairement au cas simplement SMATé à température ambiante.

Le traitement duplex permet aux éprouvettes de présenter un allongement à rupture de 30% alors que les éprouvettes traitées par le traitement SMAT seul possèdent un allongement à rupture de 19%. Le traitement duplex permet donc de minimiser la diminution de l'allongement à rupture causée par le traitement SMAT. Ces résultats ouvrent ainsi la voie à l'utilisation de ce nouveau type de traitement pour obtenir des propriétés mécaniques encore plus élevées.

## Perspectives

Ce travail a permis de mettre en lumière plusieurs pistes d'études visant à mieux comprendre la microstructure de l'acier 316L SLM, ainsi que l'effet de différents traitements (SMAT, traitements thermiques et traitements duplex) sur ses caractéristiques. Plusieurs pistes d'études sont ainsi envisagées afin de détailler/explore diverses notions.

### *Caractérisation de l'interaction entre la microstructure cellulaire et la vitesse de déformation*

Il a été observé que la structure cellulaire de l'acier 316L SLM est un facteur inhibiteur de la formation de martensite alors même que la composition de l'acier semble favorable à la transformation martensitique.

Ainsi, il serait intéressant de déterminer dans quelles mesures la structure cellulaire, ou plus précisément le réseau de dislocations, agit avec les nouvelles dislocations formées lors d'un post-traitement de surface tel que le SMAT. La vitesse de déformation peut être également un facteur influençant l'interaction entre les dislocations créées lors de la déformation avec le réseau de cellules de dislocations de l'échantillon.

L'application de déformation à la surface d'échantillons en acier 316L SLM à différentes vitesses de déformation pourrait être envisagée. Cela pourrait être effectué via la projection unitaire de bille à une vitesse déterminée à l'aide d'une buse de manière similaire à du grenailage conventionnel. La projection de billes à différents niveaux de vitesses permettrait de relier la vitesse de déformation à la modification de la microstructure.

### *Caractérisation de l'effet du traitement duplex SMAT/TT sur les propriétés en fatigue*

L'emploi d'éprouvettes cylindriques pour la réalisation d'essais de fatigue permettrait une mise en œuvre des traitements SMAT et duplex plus aisée. En effet, l'utilisation d'éprouvettes géométriquement plates, comme cela est le cas dans cette étude, impose nécessairement un arrêt du traitement SMAT afin de retourner l'échantillon pour traiter la face opposée.

Au contraire, le traitement par SMAT d'une éprouvette cylindrique ne nécessite aucune intervention durant toute la durée du traitement. La rotation de l'éprouvette autour de son axe grâce à un moteur électrique permet d'appliquer le traitement SMAT de manière homogène sur toute la surface de l'éprouvette. Ainsi, les effets du traitement duplex sur les propriétés en fatigue pourraient être déterminés. De plus, les conséquences du traitement duplex sur les porosités en sous-couche pourraient être différentes par rapport à un traitement SMAT effectué à température ambiante.

### ***Caractérisation de l'emploi du passage d'un courant électrique en mode pulsé***

L'emploi du passage d'un courant électrique a une conséquence sur les porosités ainsi que sur les fissures internes présentes au sein d'échantillons soumis à ce traitement. Son utilisation en mode pulsé avec une forte densité de courant peut en effet amener à refermer les pores et les fissures par micro-soudure. La capacité des échantillons à « guérir » leur endommagement interne (fissure) par passage d'un courant électrique ainsi que la qualité de cette guérison pourraient être étudiées.

D'une part, pour déterminer la capacité des échantillons à refermer les fissures par passage du courant électrique, des échantillons sollicités en fatigue, proches de la rupture pourraient être soumis au passage d'un courant électrique afin de vérifier, via une observation interne de l'échantillon, la fermeture des fissures. D'autre part, en utilisant le précédent résultat, qui permet d'attester qu'une éprouvette sollicitée proche de la rupture puis soumise au passage d'un courant électrique a bien ses fissures internes refermées, cette dernière pourrait être sollicitée une seconde fois. Cette seconde sollicitation, permettrait de définir la qualité de la fermeture des fissures. Pour ce faire, le nombre de cycles entre la première et la seconde sollicitation sur ces mêmes échantillons pourrait être comparé.

Les traitements par passage d'un courant électrique pourraient être également appliqués à d'autres matériaux, réalisés ou non par fabrication additive.

## Références

### A

- Aboulkhair, N.T., Simonelli, M., Parry, L., Ashcroft, I., Tuck, C., Hague, R., 2019. 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. *Progress in Materials Science* 106, 100578. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578>
- Ali, H., Ghadbeigi, H., Mumtaz, K., 2018. Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V. *Materials Science and Engineering: A* 712, 175–187. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.103>
- Alsalla, H.H., Smith, C., Hao, L., 2018. Effect of build orientation on the surface quality, microstructure and mechanical properties of selective laser melting 316L stainless steel. *Rapid Prototyping Journal* 24, 9–17. <https://doi.org/10.1108/RPJ-04-2016-0068>
- Amanov, A., 2020. Effect of local treatment temperature of ultrasonic nanocrystalline surface modification on tribological behavior and corrosion resistance of stainless steel 316L produced by selective laser melting. *Surface and Coatings Technology* 398, 126080. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126080>
- Andreatta, F., Lanzutti, A., Vaglio, E., Totis, G., Sortino, M., Fedrizzi, L., 2019. Corrosion behaviour of 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. *Materials and Corrosion* 70, 1633–1645. <https://doi.org/10.1002/maco.201910792>
- Andreau, O., Pessard, E., Koutiri, I., Penot, J.-D., Dupuy, C., Saintier, N., Peyre, P., 2019. A competition between the contour and hatching zones on the high cycle fatigue behaviour of a 316L stainless steel: Analyzed using X-ray computed tomography. *Materials Science and Engineering: A* 757, 146–159. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.101>
- Andreau, O., Pessard, E., Koutiri, I., Peyre, P., Saintier, N., 2021. Influence of the position and size of various deterministic defects on the high cycle fatigue resistance of a 316L steel manufactured by laser powder bed fusion. *International Journal of Fatigue* 143, 105930. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105930>
- Arifvianto, B., Suyitno, Mahardika, M., 2012. Effects of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on a rough surface of AISI 316L stainless steel. *Applied Surface Science* 258, 4538–4543. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.01.021>
- Arifvianto, B., Suyitno, Mahardika, M., Dewo, P., Iswanto, P.T., Salim, U.A., 2011. Effect of surface mechanical attrition treatment (SMAT) on microhardness, surface roughness and wettability of AISI 316L. *Materials Chemistry and Physics* 125, 418–426. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2010.10.038>
- Azadmanjiri, J., Berndt, C., Kapoor, A., Wen, C., 2015. Development of Surface Nano-Crystallization in Alloys by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences*. <https://doi.org/10.1080/10408436.2014.978446>
- Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, A., Yang, D.Y., Micari, F., Lahoti, G.D., Groche, P., Yanagimoto, J., Tsuji, N., Rosochowski, A., Yanagida, A., 2008. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals* 57, 716–735. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2008.09.005>

### B

- Bagherifard, S., Slawik, S., Fernández-Pariente, I., Pauly, C., Mücklich, F., Guagliano, M., 2016. Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening. *Materials & Design* 102, 68–77. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.162>
- Bahl, S., Mishra, S., Yazar, K.U., Kola, I.R., Chatterjee, K., Suwas, S., 2019. Non-equilibrium microstructure, crystallographic texture and morphological texture synergistically result in unusual mechanical properties of 3D printed 316L stainless steel. *Additive Manufacturing* 28, 65–77. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.04.016>
- Bahl, S., Suwas, S., Ungar, T., Chatterjee, K., 2017. Elucidating microstructural evolution and strengthening mechanisms in nanocrystalline surface induced by surface mechanical attrition

- treatment of stainless steel. *Acta Materialia* 122, 138–151. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.041>
- Bajaj, P., Hariharan, A., Kini, A., Kürnstener, P., Raabe, D., Jägle, E.A., 2020. Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties. *Materials Science and Engineering: A* 772, 138633. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138633>
- Barkia, B., Aubry, P., Haghi-Ashtiani, P., Auger, T., Gosmain, L., Schuster, F., Maskrot, H., 2020. On the origin of the high tensile strength and ductility of additively manufactured 316L stainless steel: Multiscale investigation. *Journal of Materials Science & Technology* 41, 209–218. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.09.017>
- Bartolomeu, F., Buciumeanu, M., Pinto, E., Alves, N., Carvalho, O., Silva, F.S., Miranda, G., 2017. 316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting. *Additive Manufacturing* 16, 81–89. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.05.007>
- Belle, L. van, 2013. Analyse, modélisation et simulation de l'apparition de contraintes en fusion laser métallique (phdthesis). INSA de Lyon.
- Benafia, S., Reira, D., Panicaud, B., Grosseau-Poussard, J.L., 2014. Influence of Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) on Oxidation Behavior of 316L Stainless Steel at 650°C [WWW Document]. *Advanced Materials Research*. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.996.906>
- Bertsch, K.M., Meric de Bellefon, G., Kuehl, B., Thoma, D.J., 2020. Origin of dislocation structures in an additively manufactured austenitic stainless steel 316L. *Acta Materialia* 199, 19–33. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.07.063>
- Birnbaum, A.J., Steuben, J.C., Barrick, E.J., Iliopoulos, A.P., Michopoulos, J.G., 2019. Intrinsic strain aging,  $\Sigma 3$  boundaries, and origins of cellular substructure in additively manufactured 316L. *Additive Manufacturing* 29, 100784. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100784>
- Blinn, B., Krebs, F., Ley, M., Teutsch, R., Beck, T., 2020. Determination of the influence of a stress-relief heat treatment and additively manufactured surface on the fatigue behavior of selectively laser melted AISI 316L by using efficient short-time procedures. *International Journal of Fatigue* 131, 105301. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.105301>
- Blinn, B., Ley, M., Buschhorn, N., Teutsch, R., Beck, T., 2019. Investigation of the anisotropic fatigue behavior of additively manufactured structures made of AISI 316L with short-time procedures PhyBaLLIT and PhyBaLCHT. *International Journal of Fatigue* 124, 389–399. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.03.022>
- Breda, M., Michieletto, F., Beridze, E., Gennari, C., 2015. Experimental Study on Electroplastic Effect in AISI 316L Austenitic Stainless Steel [WWW Document]. *Applied Mechanics and Materials*. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.792.568>

## C

- Chemkhi, M., 2014. Nanocristallisation superficielle couplée à la nitruration plasma pour augmenter les propriétés de fatigue et d'usure d'alliages métalliques (thesis). Troyes.
- Chemkhi, M., Reira, D., Roos, A., Garnier, C., Waltz, L., Demangel, C., Proust, G., 2013. The effect of surface mechanical attrition treatment on low temperature plasma nitriding of an austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology* 221, 191–195. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2013.01.047>
- Chen, G., Zhao, S.Y., Tan, P., Wang, J., Xiang, C.S., Tang, H.P., 2018. A comparative study of Ti-6Al-4V powders for additive manufacturing by gas atomization, plasma rotating electrode process and plasma atomization. *Powder Technology* 333, 38–46. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.04.013>
- Chen, N., Ma, G., Zhu, W., Godfrey, A., Shen, Z., Wu, G., Huang, X., 2019. Enhancement of an additive-manufactured austenitic stainless steel by post-manufacture heat-treatment. *Materials Science and Engineering: A* 759, 65–69. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.111>
- Chen, X.H., Lu, J., Lu, L., Lu, K., 2005. Tensile properties of a nanocrystalline 316L austenitic stainless steel. *Scripta Materialia* 52, 1039–1044. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.01.023>

- Chen, Z., Li, Z., Li, J., Liu, Chengbo, Lao, C., Fu, Y., Liu, Changyong, Li, Y., Wang, P., He, Y., 2019. 3D printing of ceramics: A review. *Journal of the European Ceramic Society* 39, 661–687. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.013>
- Cheng, B., Shrestha, S., Chou, K., 2016. Stress and deformation evaluations of scanning strategy effect in selective laser melting. *Additive Manufacturing, Special Issue on Modeling & Simulation for Additive Manufacturing* 12, 240–251. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.05.007>
- Choi, J.-P., Shin, G.-H., Brochu, M., Kim, Y.-J., Yang, S.-S., Kim, K.-T., Yang, D.-Y., Lee, C.-W., Yu, J.-H., 2016. Densification Behavior of 316L Stainless Steel Parts Fabricated by Selective Laser Melting by Variation in Laser Energy Density. *Materials Transactions advpub.* <https://doi.org/10.2320/matertrans.M2016284>
- Correa, C., Ruiz de Lara, L., Díaz, M., Gil-Santos, A., Porro, J.A., Ocaña, J.L., 2015. Effect of advancing direction on fatigue life of 316L stainless steel specimens treated by double-sided laser shock peening. *International Journal of Fatigue* 79, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.04.018>

## D

- Davies, R.G., Magee, C.L., 1975. The Effect of Strain-Rate Upon the Tensile Deformation of Materials. *Journal of Engineering Materials and Technology* 97, 151–155. <https://doi.org/10.1115/1.3443275>
- de Terris, T., Andreau, O., Peyre, P., Adamski, F., Koutiri, I., Gorny, C., Dupuy, C., 2019. Optimization and comparison of porosity rate measurement methods of Selective Laser Melted metallic parts. *Additive Manufacturing* 28, 802–813. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.05.035>
- DebRoy, T., Wei, H.L., Zuback, J.S., Mukherjee, T., Elmer, J.W., Milewski, J.O., Beese, A.M., Wilson-Heid, A., De, A., Zhang, W., 2018. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science* 92, 112–224. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>
- Deev, A.A., Kuznetsov, P.A., Petrov, S.N., 2016. Anisotropy of Mechanical Properties and its Correlation with the Structure of the Stainless Steel 316L Produced by the SLM Method. *Physics Procedia, Laser Assisted Net Shape Engineering 9 International Conference on Photonic Technologies Proceedings of the LANE 2016 September 19-22, 2016 Fürth, Germany* 83, 789–796. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.081>
- Demir, A.G., Colombo, P., Previtali, B., 2017. From pulsed to continuous wave emission in SLM with contemporary fiber laser sources: effect of temporal and spatial pulse overlap in part quality. *Int J Adv Manuf Technol* 91, 2701–2714. <https://doi.org/10.1007/s00170-016-9948-7>
- Deng, P., Karadge, M., Rebak, R.B., Gupta, V.K., Prorok, B.C., Lou, X., 2020. The origin and formation of oxygen inclusions in austenitic stainless steels manufactured by laser powder bed fusion. *Additive Manufacturing* 35, 101334. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101334>
- Deville, J.-P., Cornet, A., 2012. *Physique et ingénierie des surfaces*. EDP Sciences.
- Dory, J.-P., Evin, F., Piro, M., 1999. *Chauffage par rayonnement infrarouge [WWW Document]. Ref: TIP302WEB - “Réseaux électriques et applications.” URL https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/energies-th4/electrothermie-industrielle-42270210/chauffage-par-rayonnement-infrarouge-d5930/ (accessed 2.24.21).*
- du Plessis, A., le Roux, S.G., Booyens, G., Els, J., 2016. Directionality of Cavities and Porosity Formation in Powder-Bed Laser Additive Manufacturing of Metal Components Investigated Using X-Ray Tomography. *3D Printing and Additive Manufacturing* 3, 48–55. <https://doi.org/10.1089/3dp.2015.0034>

## E

- Elangeswaran, C., Cutolo, A., Muralidharan, G.K., de Formanoir, C., Berto, F., Vanmeensel, K., Van Hooreweder, B., 2019. Effect of post-treatments on the fatigue behaviour of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion. *International Journal of Fatigue* 123, 31–39. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.01.013>

- El-Tahawy, M., Huang, Y., Um, T., Choe, H., Lábár, J.L., Langdon, T.G., Gubicza, J., 2017. Stored energy in ultrafine-grained 316L stainless steel processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Research and Technology* 6, 339–347. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2017.05.001>
- Essa, K., Jamshidi, P., Zou, J., Attallah, M.M., Hassanin, H., 2018. Porosity control in 316L stainless steel using cold and hot isostatic pressing. *Materials & Design* 138, 21–29. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.025>

## F

- Frazier, W.E., 2014. Metal Additive Manufacturing: A Review. *J. of Materi Eng and Perform* 23, 1917–1928. <https://doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z>

## G

- Gadelmawla, E.S., Koura, M.M., Maksoud, T.M.A., Elewa, I.M., Soliman, H.H., 2002. Roughness parameters. *Journal of Materials Processing Technology* 123, 133–145. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)00060-2](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)00060-2)
- Godec, M., Donik, Č., Kocijan, A., Podgornik, B., Skobir Balantič, D.A., 2020. Effect of post-treated low-temperature plasma nitriding on the wear and corrosion resistance of 316L stainless steel manufactured by laser powder-bed fusion. *Additive Manufacturing* 32, 101000. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.101000>
- Gong, H., Snelling, D., Kardel, K., Carrano, A., 2019. Comparison of Stainless Steel 316L Parts Made by FDM- and SLM-Based Additive Manufacturing Processes. *JOM* 71, 880–885. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-3207-3>
- Gorji, N.E., O'Connor, R., Mussatto, A., Snelgrove, M., González, P.G.M., Brabazon, D., 2019. Recyclability of stainless steel (316L) powder within the additive manufacturing process. *Materialia* 8, 100489. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100489>
- Gorsse, S., Hutchinson, C., Goune, M., Banerjee, R., 2017. Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys. *Science and Technology of Advanced Materials* 18, 584–610. <https://doi.org/10.1080/14686996.2017.1361305>
- Grosdidier, T., Novelli, M., 2019. Recent Developments in the Application of Surface Mechanical Attrition Treatments for Improved Gradient Structures: Processing Parameters and Surface Reactivity. *Materials Transactions* 60, 1344–1355. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MF201929>
- Gunenthiram, V., Peyre, P., Schneider, M., Dal, M., Coste, F., Fabbro, R., 2017. Analysis of laser–melt pool–powder bed interaction during the selective laser melting of a stainless steel. *Journal of Laser Applications* 29, 022303. <https://doi.org/10.2351/1.4983259>
- Guo, N., Leu, M.C., 2013. Additive manufacturing: technology, applications and research needs. *Front. Mech. Eng.* 8, 215–243. <https://doi.org/10.1007/s11465-013-0248-8>

## H

- Hansen, N., 2004. Hall–Petch relation and boundary strengthening. *Scripta Materialia*, Viewpoint set no. 35. Metals and alloys with a structural scale from the micrometer to the atomic dimensions 51, 801–806. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.06.002>
- Heiden, M.J., Deibler, L.A., Rodelas, J.M., Koepke, J.R., Tung, D.J., Saiz, D.J., Jared, B.H., 2019. Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process. *Additive Manufacturing* 25, 84–103. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.10.019>
- Heurtin, J., Mazoyer, J.-L., 1984. Chauffage par effet Joule [WWW Document]. Ref: TIP302WEB - “Réseaux électriques et applications.” URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-reseaux-et-applications-tiadc/archive-1/chauffage-par-effet-joule-d824/> (accessed 9.10.20).
- Hitzler, L., Hirsch, J., Heine, B., Merkel, M., Hall, W., Öchsner, A., 2017. On the Anisotropic Mechanical Properties of Selective Laser-Melted Stainless Steel. *Materials* 10, 1136. <https://doi.org/10.3390/ma10101136>

- Hong, Y., Zhou, C., Zheng, Y., Zhang, L., Zheng, J., 2021. The cellular boundary with high density of dislocations governed the strengthening mechanism in selective laser melted 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A* 799, 140279. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140279>
- Hong, Y., Zhou, C., Zheng, Y., Zhang, L., Zheng, J., Chen, X., An, B., 2019. Formation of strain-induced martensite in selective laser melting austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A* 740–741, 420–426. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.121>
- Huang, S.H., Liu, P., Mokasdar, A., Hou, L., 2013. Additive manufacturing and its societal impact: a literature review. *Int J Adv Manuf Technol* 67, 1191–1203. <https://doi.org/10.1007/s00170-012-4558-5>
- Hull, C.W., 1989. Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography. US4575330B1.
- Humphreys, F.J., Hatherly, M., 2004. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044164-1.X5000-2>
- Im, Y.-D., Kim, K.-H., Jung, K.-H., Lee, Y.-K., Song, K.-H., 2019. Anisotropic Mechanical Behavior of Additive Manufactured AISI 316L Steel. *Metall Mater Trans A* 50, 2014–2021. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05139-7>

## I

- ISO 4287:1997 [WWW Document], n.d. URL <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:4287:ed-1:v1:cor:2:v1:fr> (accessed 4.16.19).
- ISO/ASTM 52900 [WWW Document], 2015. URL <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso-astm:52900:ed-1:v1:fr> (accessed 6.2.20).

## J

- Jaskari, M., Mäkikangas, J., Järvenpää, A., Mäntyjärvi, K., Karjalainen, P., 2019. Effect of High Porosity on Bending Fatigue Properties of 3D Printed AISI 316L Steel. *Procedia Manufacturing*, 17th Nordic Laser Materials Processing Conference - NOLAMP17 36, 33–41. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.08.006>
- Jeong, H.-J., Kim, M.-J., Choi, S.-J., Park, J.-W., Choi, H., Luu, V.T., Hong, S.-T., Han, H.N., 2020. Microstructure reset-based self-healing method using sub-second electric pulsing for metallic materials. *Applied Materials Today* 20, 100755. <https://doi.org/10.1016/j.apmt.2020.100755>
- Jhabvala, J., Boillat, E., Antignac, T., Glardon, R., 2010. On the effect of scanning strategies in the selective laser melting process. *Virtual and Physical Prototyping* 5, 99–109. <https://doi.org/10.1080/17452751003688368>

## K

- Kale, A.B., Singh, J., Kim, B.-K., Kim, D.-I., Choi, S.-H., 2020. Effect of initial microstructure on the deformation heterogeneities of 316L stainless steels fabricated by selective laser melting processing. *Journal of Materials Research and Technology* 9, 8867–8883. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.06.015>
- Kalentic, N., Boillat, E., Peyre, P., Ćirić-Kostić, S., Bogojević, N., Logé, R.E., 2017a. Tailoring residual stress profile of Selective Laser Melted parts by Laser Shock Peening. *Additive Manufacturing* 16, 90–97. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.05.008>
- Kalentic, N., Boillat, E., Peyre, P., Gorny, C., Kenel, C., Leinenbach, C., Jhabvala, J., Logé, R.E., 2017b. 3D Laser Shock Peening – A new method for the 3D control of residual stresses in Selective Laser Melting. *Materials & Design* 130, 350–356. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.05.083>
- Kalentic, N., de Seijas, M.O.V., Griffiths, S., Leinenbach, C., Logé, R.E., 2020. 3D laser shock peening – A new method for improving fatigue properties of selective laser melted parts. *Additive Manufacturing* 33, 101112. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101112>

- Karavaeva, M.V., Abramova, M.M., Enikeev, N.A., Raab, G.I., Valiev, R.Z., 2016. Superior Strength of Austenitic Steel Produced by Combined Processing, including Equal-Channel Angular Pressing and Rolling. *Metals* 6, 310. <https://doi.org/10.3390/met6120310>
- Kaynak, Y., Kitay, O., 2019. The effect of post-processing operations on surface characteristics of 316L stainless steel produced by selective laser melting. *Additive Manufacturing* 26, 84–93. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.12.021>
- Kempen, K., Vrancken, B., Buls, S., Thijs, L., Van Humbeeck, J., Kruth, J.-P., 2014. Selective Laser Melting of Crack-Free High Density M2 High Speed Steel Parts by Baseplate Preheating. *J. Manuf. Sci. Eng* 136. <https://doi.org/10.1115/1.4028513>
- Kim, M.-J., Yoon, S., Park, S., Jeong, H.-J., Park, J.-W., Kim, K., Jo, J., Heo, T., Hong, S.-T., Cho, S.H., Kwon, Y.-K., Choi, I.-S., Kim, M., Han, H.N., 2020. Elucidating the origin of electroplasticity in metallic materials. *Applied Materials Today* 21, 100874. <https://doi.org/10.1016/j.apmt.2020.100874>
- Kleemola, H.J., Nieminen, M.A., 1974. On the Strain-Hardening Parameters of Metals. *Metallurgical Transactions* 5, 1863–1866.
- Kong, D., Dong, C., Ni, X., Zhang, L., Yao, J., Man, C., Cheng, X., Xiao, K., Li, X., 2019a. Mechanical properties and corrosion behavior of selective laser melted 316L stainless steel after different heat treatment processes. *Journal of Materials Science & Technology* 35, 1499–1507. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.03.003>
- Kong, D., Ni, X., Dong, C., Zhang, L., Man, C., Cheng, X., Li, X., 2019b. Anisotropy in the microstructure and mechanical property for the bulk and porous 316L stainless steel fabricated via selective laser melting. *Materials Letters* 235, 1–5. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.09.152>
- Koseski, R.P., Suri, P., Earhardt, N.B., German, R.M., Kwon, Y.-S., 2005. Microstructural evolution of injection molded gas- and water-atomized 316L stainless steel powder during sintering. *Materials Science and Engineering: A* 390, 171–177. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.08.002>
- Kovacı, H., Seçer, Y., 2020. Improved tribological performance of AISI 316L stainless steel by a combined surface treatment: Surface texturing by selective laser melting and plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology* 400, 126178. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126178>
- Krakhmalev, P., Fredriksson, G., Svensson, K., Yadroitsev, I., Yadroitsava, I., Thuvander, M., Peng, R., 2018. Microstructure, Solidification Texture, and Thermal Stability of 316 L Stainless Steel Manufactured by Laser Powder Bed Fusion. *Metals* 8, 643. <https://doi.org/10.3390/met8080643>
- Krakhmalev, P., Yadroitsava, I., Fredriksson, G., Yadroitsev, I., 2017. Microstructural and thermal stability of selective laser melted 316L stainless steel single tracks. *South African Journal of Industrial Engineering* 28, 12–19. <https://doi.org/10.7166/28-1-1466>
- Kumar, A., Paul, S.K., 2021. Improvement in tensile properties of pre-strained steel specimen by applying pulsed electric current. *Materialia* 15, 100960. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100960>
- Kumar, A., Paul, S.K., 2020. Healing of fatigue crack in steel with the application of pulsed electric current. *Materialia* 14, 100906. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100906>
- Kumar, D., Idapalapati, S., Wang, W., Narasimalu, S., 2019. Effect of Surface Mechanical Treatments on the Microstructure-Property-Performance of Engineering Alloys. *Materials* 12, 2503. <https://doi.org/10.3390/ma12162503>
- Kumar, P., Kawasaki, M., Langdon, T.G., 2016. Review: Overcoming the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained materials at low temperatures. *J Mater Sci* 51, 7–18. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9143-5>
- Kumbhar, N.N., Mulay, A.V., 2018. Post Processing Methods used to Improve Surface Finish of Products which are Manufactured by Additive Manufacturing Technologies: A Review. *J. Inst. Eng. India Ser. C* 99, 481–487. <https://doi.org/10.1007/s40032-016-0340-z>

## L

- Lagutkin, S., Achelis, L., Sheikhaliev, S., Uhlenwinkel, V., Srivastava, V., 2004. Atomization process for metal powder. *Materials Science and Engineering: A, 2nd International Conference on Spray*

- Deposition and Melt Atomization and the 5th International Conference on Spray Forming 383, 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.059>
- Larimian, T., Kannan, M., Grzesiak, D., AlMangour, B., Borkar, T., 2020. Effect of energy density and scanning strategy on densification, microstructure and mechanical properties of 316L stainless steel processed via selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A* 770, 138455. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138455>
- Lavery, N.P., Cherry, J., Mehmood, S., Davies, H., Girling, B., Sackett, E., Brown, S.G.R., Sienz, J., 2017. Effects of hot isostatic pressing on the elastic modulus and tensile properties of 316L parts made by powder bed laser fusion. *Materials Science and Engineering: A* 693, 186–213. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.100>
- Leicht, A., Yu, C.H., Luzin, V., Klement, U., Hryha, E., 2020. Effect of scan rotation on the microstructure development and mechanical properties of 316L parts produced by laser powder bed fusion. *Materials Characterization* 163, 110309. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110309>
- Leuders, S., Lienenke, T., Lammers, S., Tröster, T., Niendorf, T., 2014. On the fatigue properties of metals manufactured by selective laser melting – The role of ductility. *Journal of Materials Research* 29, 1911–1919. <https://doi.org/10.1557/jmr.2014.157>
- Li, R., Shi, Y., Wang, Z., Wang, L., Liu, J., Jiang, W., 2010. Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting. *Applied Surface Science* 256, 4350–4356. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.02.030>
- Li, Z., Voisin, T., McKeown, J.T., Ye, J., Braun, T., Kamath, C., King, W.E., Wang, Y.M., 2019. Tensile properties, strain rate sensitivity, and activation volume of additively manufactured 316L stainless steels. *International Journal of Plasticity* 120, 395–410. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2019.05.009>
- Liang, C.-L., Lin, K.-L., 2018. The microstructure and property variations of metals induced by electric current treatment: A review. *Materials Characterization* 145, 545–555. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.08.058>
- Liang, P., Lin, K.-L., 2017. Non-deformation recrystallization of metal with electric current stressing. *Journal of Alloys and Compounds* 722, 690–697. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.032>
- Liu, G., Lu, J., Lu, K., 2000. Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening. *Materials Science and Engineering: A* 286, 91–95. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00686-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00686-9)
- Liu, G.Z., Tao, N.R., Lu, K., 2010. 316L Austenite Stainless Steels Strengthened by Means of Nano-scale Twins. *Journal of Materials Science & Technology* 26, 289–292. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(10\)60048-5](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(10)60048-5)
- Liu, L., Ding, Q., Zhong, Y., Zou, J., Wu, J., Chiu, Y.-L., Li, J., Zhang, Z., Yu, Q., Shen, Z., 2018. Dislocation network in additive manufactured steel breaks strength–ductility trade-off. *Materials Today* 21, 354–361. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2017.11.004>
- Liu, Y., Yang, Y., Mai, S., Wang, D., Song, C., 2015. Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder. *Materials & Design* 87, 797–806. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.08.086>
- Liverani, E., Toschi, S., Ceschini, L., Fortunato, A., 2017. Effect of selective laser melting (SLM) process parameters on microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology* 249, 255–263. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.05.042>
- Lo, K.H., Shek, C.H., Lai, J.K.L., 2009. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 65, 39–104. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2009.03.001>
- Löber, L., Flache, C., Petters, R., Kühn, U., Eckert, J., 2013. Comparison of different post processing technologies for SLM generated 316L steel parts. *Rapid Prototyping Journal* 19, 173–179. <https://doi.org/10.1108/13552541311312166>
- Long, Q.Y., Lu, J.X., Fang, T.H., 2019. Microstructure and mechanical properties of AISI 316L steel with an inverse gradient nanostructure fabricated by electro-magnetic induction heating. *Materials Science and Engineering: A* 751, 42–50. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.061>
- Lord, J.D., Morrell, R.M., 2010. Elastic modulus measurement—obtaining reliable data from the tensile test. *Metrologia* 47, S41–S49. <https://doi.org/10.1088/0026-1394/47/2/S05>

- Lu, J., Lu, K., 2007. Device for generating nanostructures. US7300622B2.
- Lu, J., Lu, K., 2006. Mechanical method for generating nanostructures and mechanical device for generating nanostructures. US7147726B2.
- Lu, K., Lu, J., 2004. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment. *Materials Science and Engineering: A* 375–377, 38–45. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.261>
- Lu, K., Yan, F.K., Wang, H.T., Tao, N.R., 2012. Strengthening austenitic steels by using nanotwinned austenitic grains. *Scripta Materialia*, Viewpoint set no. 49: Strengthening effect of nano-scale twins 66, 878–883. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.12.044>
- Lu, P., Cheng-Lin, Z., Liang, W., Tong, L., Xiao-Cheng, L., 2020. Research on mechanical properties and microstructure by selective laser melting of 316L stainless steel. *Mater. Res. Express* 6, 1265h7. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab6b67>
- Lutterotti, L., 2010. Total pattern fitting for the combined size–strain–stress–texture determination in thin film diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, X-ray Techniques for Advanced Materials, Nanostructures and Thin Films: from Laboratory Sources to Synchrotron Radiation* 268, 334–340. <https://doi.org/10.1016/j.nimb.2009.09.053>
- Lutterotti, L., Bortolotti, M., Ischia, G., Lonardelli, I., Wenk, H.-R., 2007. Rietveld texture analysis from diffraction images, Tenth European Powder Diffraction Conference. De Gruyter. <https://doi.org/10.1524/9783486992540-020>

## M

- Ma, Y.R., Yang, H.J., Tian, Y.Z., Pang, J.C., Zhang, Z.F., 2018. Hardening and softening mechanisms in a nano-lamellar austenitic steel induced by electropulsing treatment. *Materials Science and Engineering: A* 713, 146–150. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.011>
- Mai, J., Peng, L., Lin, Z., Lai, X., 2011. Experimental study of electrical resistivity and flow stress of stainless steel 316L in electroplastic deformation. *Materials Science and Engineering: A* 528, 3539–3544. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.058>
- Man, J., Obrtlík, K., Polák, J., 2003. Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM. *Materials Science and Engineering: A* 351, 123–132. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00846-8](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00846-8)
- Mandal, S., M., J., A.K., B., V. Subramanya, S., 2014. Effect of Strain Rate on the Dynamic Recrystallization Behavior in a Nitrogen-Enhanced 316L(N). *Metallurgical and Materials Transactions A* 45A, 5645–5656.
- Marattukalam, J.J., Karlsson, D., Pacheco, V., Beran, P., Wiklund, U., Jansson, U., Hjärvarsson, B., Sahlberg, M., 2020. The effect of laser scanning strategies on texture, mechanical properties, and site-specific grain orientation in selective laser melted 316L SS. *Materials & Design* 193, 108852. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108852>
- Matthews, M.J., Guss, G., Khairallah, S.A., Rubenchik, A.M., Depond, P.J., King, W.E., 2016. Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes. *Acta Materialia* 114, 33–42. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.05.017>
- Metelkova, J., Kinds, Y., Kempen, K., de Formanoir, C., Witvrouw, A., Van Hooreweder, B., 2018. On the influence of laser defocusing in Selective Laser Melting of 316L. *Additive Manufacturing* 23, 161–169. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.08.006>
- Miranda, G., Faria, S., Bartolomeu, F., Pinto, E., Madeira, S., Mateus, A., Carreira, P., Alves, N., Silva, F.S., Carvalho, O., 2016. Predictive models for physical and mechanical properties of 316L stainless steel produced by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A* 657, 43–56. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.028>
- Mohd Yusuf, S., Chen, Y., Yang, S., Gao, N., 2020. Microstructural evolution and strengthening of selective laser melted 316L stainless steel processed by high-pressure torsion. *Materials Characterization* 159, 110012. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.110012>
- Mungole, T., Kumar, P., Kawasaki, M., Langdon, T.G., 2014. A critical examination of the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained metals. *Journal of Materials Research* 29, 2534–2546. <https://doi.org/10.1557/jmr.2014.272>

## N

- Ngo, T.D., Kashani, A., Imbalzano, G., Nguyen, K.T.Q., Hui, D., 2018. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges. *Composites Part B: Engineering* 143, 172–196. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.02.012>
- Ni, X., Kong, D., Wen, Y., Zhang, L., Wu, W., He, B., Lu, L., Zhu, D., 2019. Anisotropy in mechanical properties and corrosion resistance of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting. *Int J Miner Metall Mater* 26, 319–328. <https://doi.org/10.1007/s12613-019-1740-x>
- Noell, P.J., Rodelas, J.M., Ghanbari, Z.N., Laursen, C.M., 2020. Microstructural modification of additively manufactured metals by electropulsing. *Additive Manufacturing* 33, 101128. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101128>

## O

- Olugbade, T.O., Lu, J., 2020. Literature review on the mechanical properties of materials after surface mechanical attrition treatment (SMAT). *Nano Materials Science*. <https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2020.04.002>

## P

- Papadakis, L., Chantzis, D., Salonitis, K., 2018. On the energy efficiency of pre-heating methods in SLM/SLS processes. *Int J Adv Manuf Technol* 95, 1325–1338. <https://doi.org/10.1007/s00170-017-1287-9>
- Park, J.-W., Jeong, H.-J., Jin, S.-W., Kim, M.-J., Lee, K., Kim, J.J., Hong, S.-T., Han, H.N., 2017. Effect of electric current on recrystallization kinetics in interstitial free steel and AZ31 magnesium alloy. *Materials Characterization* 133, 70–76. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.09.021>
- Parry, L., Ashcroft, I.A., Wildman, R.D., 2016. Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation. *Additive Manufacturing* 12, 1–15. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.05.014>
- Pauzon, C., Forêt, P., Hryha, E., Arunprasad, T., Nyborg, L., 2020. Argon-helium mixtures as Laser-Powder Bed Fusion atmospheres: Towards increased build rate of Ti-6Al-4V. *Journal of Materials Processing Technology* 279, 116555. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2019.116555>
- Pauzon, C., Hryha, E., Forêt, P., Nyborg, L., 2019. Effect of argon and nitrogen atmospheres on the properties of stainless steel 316 L parts produced by laser-powder bed fusion. *Materials & Design* 179, 107873. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107873>
- Peng, T., Chen, C., 2018. Influence of energy density on energy demand and porosity of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting. *Int. J. of Precis. Eng. and Manuf.-Green Tech.* 5, 55–62. <https://doi.org/10.1007/s40684-018-0006-9>
- Petit, J., Waltz, L., Montay, G., Reirant, D., Roos, A., François, M., 2012. Multilayer modelling of stainless steel with a nanocrystallised superficial layer. *Materials Science and Engineering: A* 536, 124–128. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.12.085>
- Pramanik, A., Dixit, A.R., Chattopadhyaya, S., Uddin, M.S., Dong, Y., Basak, A.K., Littlefair, G., 2017. Fatigue life of machined components. *Adv. Manuf.* 5, 59–76. <https://doi.org/10.1007/s40436-016-0168-z>
- Prashanth, K.G., Eckert, J., 2017. Formation of metastable cellular microstructures in selective laser melted alloys. *Journal of Alloys and Compounds, Selected papers presented at ISMANAM 2016, July 3rd-8th, Nara, Japan* 707, 27–34. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.209>
- Proust, G., Reirant, D., Chemkhi, M., Roos, A., Demangel, C., 2015. Electron Backscatter Diffraction and Transmission Kikuchi Diffraction Analysis of an Austenitic Stainless Steel Subjected to Surface Mechanical Attrition Treatment and Plasma Nitriding. *Microscopy and Microanalysis* 21, 919–926. <https://doi.org/10.1017/S1431927615000793>

## Q

- Qiu, C., Panwisawas, C., Ward, M., Basoalto, H.C., Brooks, J.W., Attallah, M.M., 2015. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting. *Acta Materialia* 96, 72–79. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.06.004>

## R

- Reihanian, M., Ebrahimi, R., Moshksar, M.M., Terada, D., Tsuji, N., 2008. Microstructure quantification and correlation with flow stress of ultrafine grained commercially pure Al fabricated by equal channel angular pressing (ECAP). *Materials Characterization* 59, 1312–1323. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.11.006>
- Rhodes, C.G., Thompson, A.W., 1977. The Composition Dependence of Stacking Fault Energy in Austenitic Stainless Steels. *Metallurgical Transactions A* 8A.
- Ribárik, G., Ungár, T., Gubicza, J., Árik, G., Unga, T., 2001. MWP-fit: A Program for Multiple Whole-Profile Fitting of Diffraction Peak Profiles by ab Initio Theoretical Functions. *J. Appl. Cryst* 34, 669–676. <https://doi.org/10.1107/S0021889801011451>
- Riemer, A., Leuders, S., Thöne, M., Richard, H.A., Tröster, T., Niendorf, T., 2014. On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. *Engineering Fracture Mechanics* 120, 15–25. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.03.008>
- Roland, T., Reiraint, D., Lu, K., Lu, J., 2007. Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability. *Materials Science and Engineering: A* 445–446, 281–288. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.09.041>
- Roland, T., Reiraint, D., Lu, K., Lu, J., 2006. Fatigue life improvement through surface nanostructuring of stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Scripta Materialia* 54, 1949–1954. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.01.049>
- Ronneberg, T., Davies, C.M., Hooper, P.A., 2020. Revealing relationships between porosity, microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion 316L stainless steel through heat treatment. *Materials & Design* 189, 108481. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108481>
- Röttger, A., Boes, J., Theisen, W., Esen, C., Edelmann, A., Hellmann, R., 2020. Microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel processed by different SLM devices. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 108, 769–783. <https://doi.org/10.1007/s00170-020-05371-1>
- Röttger, A., Geenen, K., Windmann, M., Binner, F., Theisen, W., 2016. Comparison of microstructure and mechanical properties of 316L austenitic steel processed by selective laser melting with hot-isostatic pressed and cast material. *Materials Science and Engineering: A* 678, 365–376. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.10.012>

## S

- Saboori, A., Aversa, A., Bosio, F., Bassini, E., Librera, E., De Chirico, M., Biamino, S., Ugues, D., Fino, P., Lombardi, M., 2019. An investigation on the effect of powder recycling on the microstructure and mechanical properties of AISI 316L produced by Directed Energy Deposition. *Materials Science and Engineering: A* 766, 138360. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138360>
- Saeidi, K., Neikter, M., Olsen, J., Shen, Z.J., Akhtar, F., 2017. 316L stainless steel designed to withstand intermediate temperature. *Materials & Design* 135, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.08.072>
- Sáez-Maderuelo, A., Castro, L., de Diego, G., 2011. Plastic strain characterization in austenitic stainless steels and nickel alloys by electron backscatter diffraction. *Journal of Nuclear Materials, Nuclear Materials IV* 416, 75–79. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2010.11.092>
- Salman, O.O., Brenne, F., Niendorf, T., Eckert, J., Prashanth, K.G., He, T., Scudino, S., 2019a. Impact of the scanning strategy on the mechanical behavior of 316L steel synthesized by selective laser

- melting. *Journal of Manufacturing Processes* 45, 255–261. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.07.010>
- Salman, O.O., Gammer, C., Chaubey, A.K., Eckert, J., Scudino, S., 2019b. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A* 748, 205–212. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.01.110>
- Sames, W.J., List, F.A., Pannala, S., Dehoff, R.R., Babu, S.S., 2016. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. *International Materials Reviews* 61, 315–360. <https://doi.org/10.1080/09506608.2015.1116649>
- Samih, Y., Beausir, B., Bolle, B., Grosdidier, T., 2013. In-depth quantitative analysis of the microstructures produced by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). *Materials Characterization* 83, 129–138. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.06.006>
- Schramm, R.E., Reed, R.P., 1975. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A* 6, 1345–1351. <https://doi.org/10.1007/BF02641927>
- Scipioni Bertoli, U., Wolfer, A.J., Matthews, M.J., Delplanque, J.-P.R., Schoenung, J.M., 2017. On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting. *Materials & Design* 113, 331–340. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.037>
- Servan, R., 1981. Mica et produits micacés [WWW Document]. Ref: TIP301WEB - “Conversion de l’énergie électrique.” URL <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-convertisseurs-et-machines-electriques-tiadb/archive-1/mica-et-produits-micaces-d278/> (accessed 9.10.20).
- Shamsujjoha, Md., Agnew, S.R., Fitz-Gerald, J.M., Moore, W.R., Newman, T.A., 2018. High Strength and Ductility of Additively Manufactured 316L Stainless Steel Explained. *Metall and Mat Trans A* 49, 3011–3027. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4607-2>
- Shao, H., Shan, D., Bai, L., Zhang, G., Wang, K., Zhao, Y., 2018. Joule heating-induced microstructure evolution and residual stress in Ti-6Al-4V for U-shaped screw. *Vacuum* 153, 70–73. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.03.047>
- Shi, W., Liu, Y., Shi, X., Hou, Y., Wang, P., Song, G., 2018. Beam Diameter Dependence of Performance in Thick-Layer and High-Power Selective Laser Melting of Ti-6Al-4V. *Materials (Basel)* 11. <https://doi.org/10.3390/ma11071237>
- Shifeng, W., Shuai, L., Qingsong, W., Yan, C., Sheng, Z., Yusheng, S., 2014. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. *Journal of Materials Processing Technology* 214, 2660–2667. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.06.002>
- Shrestha, R., Simsiriwong, J., Shamsaei, N., 2019. Fatigue behavior of additive manufactured 316L stainless steel parts: Effects of layer orientation and surface roughness. *Additive Manufacturing* 28, 23–38. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.04.011>
- Shu, C.-C., Liang, C.-L., Lin, K.-L., 2020. Electro-work hardening of metals induced by the athermal electromigration effect. *Materials Science and Engineering: A* 772, 138689. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138689>
- Siddique, S., Imran, M., Rauer, M., Kaloudis, M., Wycisk, E., Emmelmann, C., Walther, F., 2015. Computed tomography for characterization of fatigue performance of selective laser melted parts. *Materials & Design* 83, 661–669. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.06.063>
- Simon, L.H., Wilkens, V., Fedtke, T., Beyer, M., 2013. Ignition of dust-air atmospheres by ultrasonic waves. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries* 26, 1583–1589. <https://doi.org/10.1016/j.jlp.2013.08.009>
- Simson, T., Emmel, A., Dwars, A., Böhm, J., 2017. Residual stress measurements on AISI 316L samples manufactured by selective laser melting. *Additive Manufacturing* 17, 183–189. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.07.007>
- Sistiaga, M.L.M., Nardone, S., Hautfenne, C., Humbeeck, J.V., 2016. Effect of Heat Treatment Of 316L Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting (SLM) 8.
- Solberg, K., Guan, S., Razavi, S.M.J., Welo, T., Chan, K.C., Berto, F., 2019. Fatigue of additively manufactured 316L stainless steel: The influence of porosity and surface roughness. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 42, 2043–2052. <https://doi.org/10.1111/ffe.13077>

- Song, Y., Sun, Q., Guo, K., Wang, X., Liu, J., Sun, J., 2020. Effect of scanning strategies on the microstructure and mechanical behavior of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A* 793, 139879. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139879>
- Sourmail, T., 2001. Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology* 17, 1–14. <https://doi.org/10.1179/026708301101508972>
- Spierings, A.B., Schneider, M., Eggenberger, R., 2011. Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. *Rapid Prototyping Journal* 17, 380–386. <https://doi.org/10.1108/13552541111156504>
- Stepanov, N.D., Kuznetsov, A.V., Salishchev, G.A., Raab, G.I., Valiev, R.Z., 2012. Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of copper subjected to ECAP with various numbers of passes. *Materials Science and Engineering: A* 554, 105–115. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.06.022>
- Stinville, J.C., Villechaise, P., Templier, C., Riviere, J.P., Drouet, M., 2010. Plasma nitriding of 316L austenitic stainless steel: Experimental investigation of fatigue life and surface evolution. *Surface and Coatings Technology, Proceedings of the European Materials Research Society (E-MRS) Spring Meeting 2009* 204, 1947–1951. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.09.052>
- Sun, Y., Bailey, R., Moroz, A., 2019. Surface finish and properties enhancement of selective laser melted 316L stainless steel by surface mechanical attrition treatment. *Surface and Coatings Technology* 378, 124993. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.124993>
- Sun, Z., Tan, X., Tor, S.B., Chua, C.K., 2018. Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting. *NPG Asia Materials* 10, 127–136. <https://doi.org/10.1038/s41427-018-0018-5>
- Suryawanshi, J., Prashanth, K.G., Ramamurty, U., 2017. Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A* 696, 113–121. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.058>

## T

- Talachi, A.K., Eizadjou, M., Manesh, H.D., Janghorban, K., 2011. Wear characteristics of severely deformed aluminum sheets by accumulative roll bonding (ARB) process. *Materials Characterization* 62, 12–21. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.10.003>
- Tang, C., Tan, J.L., Wong, C.H., 2018. A numerical investigation on the physical mechanisms of single track defects in selective laser melting. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 126, 957–968. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.06.073>
- Terrassa, K.L., Haley, J.C., MacDonald, B.E., Schoenung, J.M., 2018. Reuse of powder feedstock for directed energy deposition. *Powder Technology* 338, 819–829. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.07.065>
- Thomas, M., Baxter, G.J., Todd, I., 2016. Normalised model-based processing diagrams for additive layer manufacture of engineering alloys. *Acta Materialia* 108, 26–35. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.025>
- Tolosa, I., Garcíandía, F., Zubiri, F., Zapirain, F., Esnaola, A., 2010. Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies. *Int J Adv Manuf Technol* 51, 639–647. <https://doi.org/10.1007/s00170-010-2631-5>
- Tucho, W.M., Lysne, V.H., Austbø, H., Sjolyst-Kverneland, A., Hansen, V., 2018. Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of SLM manufactured SS316L. *Journal of Alloys and Compounds* 740, 910–925. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.098>

## U

- Ueno, H., Kakihata, K., Kaneko, Y., Hashimoto, S., Vinogradov, A., 2011. Enhanced fatigue properties of nanostructured austenitic SUS 316L stainless steel. *Acta Materialia* 59, 7060–7069. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.07.061>
- Uhlmann, E., Kersting, R., Klein, T.B., Cruz, M.F., Borille, A.V., 2015. Additive Manufacturing of Titanium Alloy for Aircraft Components. *Procedia CIRP, MIC2015 – 15th Machining*

Innovations Conference for Aerospace Industry 35, 55–60.  
<https://doi.org/10.1016/j.procir.2015.08.061>

Uusitalo, J., Karjalainen, L.P., Retraining, D., Palosaari, M., 2009. Fatigue Properties of Steels with Ultrasonic Attrition Treated Surface Layers [WWW Document]. Materials Science Forum. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.604-605.239>

## V

Valiev, R., 2002. Nanomaterial advantage. *Nature* 419, 887–889. <https://doi.org/10.1038/419887a>

Valiev, R.Z., Aleksandrov, I.V., 2001. A paradox of severe plastic deformation in metals. *Dokl. Phys.* 46, 633–635. <https://doi.org/10.1134/1.1408991>

Voisin, T., Forien, J.-B., Perron, A., Aubry, S., Bertin, N., Samanta, A., Baker, A., Wang, Y.M., 2021. New insights on cellular structures strengthening mechanisms and thermal stability of an austenitic stainless steel fabricated by laser powder-bed-fusion. *Acta Materialia* 203, 116476. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.11.018>

## W

Wadell, H., 1933. Sphericity and Roundness of Rock Particles. *The Journal of Geology* 41, 310–331. <https://doi.org/10.1086/624040>

Waltz, L., Retraining, D., Roos, A., Olier, P., 2009. Combination of surface nanocrystallization and co-rolling: Creating multilayer nanocrystalline composites. *Scripta Materialia* 60, 21–24. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.08.024>

Wang, D., Song, C., Yang, Y., Bai, Y., 2016. Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts. *Materials & Design* 100, 291–299. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.111>

Wang, D., Wu, S., Yang, Y., Dou, W., Deng, S., Wang, Z., Li, S., 2018. The Effect of a Scanning Strategy on the Residual Stress of 316L Steel Parts Fabricated by Selective Laser Melting (SLM). *Materials* 11, 1821. <https://doi.org/10.3390/ma11101821>

Wang, D., Yang, Y., Yi, Z., Su, X., 2013. Research on the fabricating quality optimization of the overhanging surface in SLM process. *Int J Adv Manuf Technol* 65, 1471–1484. <https://doi.org/10.1007/s00170-012-4271-4>

Wang, F., Qian, D., Hua, L., Mao, H., Xie, L., 2019. Voids healing and carbide refinement of cold rolled M50 bearing steel by electropulsing treatment. *Scientific Reports* 9, 11315. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-47919-6>

Wang, H., Song, G., Tang, G., 2015. Enhanced surface properties of austenitic stainless steel by electropulsing-assisted ultrasonic surface rolling process. *Surface and Coatings Technology* 282, 149–154. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.10.026>

Wang, S., Wei, K., Li, J., Liu, Y., Huang, Z., Mao, Q., Li, Y., 2019. Enhanced tensile properties of 316L stainless steel processed by a novel ultrasonic resonance plastic deformation technique. *Materials Letters* 236, 342–345. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.10.080>

Wang, X., Jiang, M., Zhou, Z., Gou, J., Hui, D., 2017. 3D printing of polymer matrix composites: A review and prospective. *Composites Part B: Engineering* 110, 442–458. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2016.11.034>

Wang, X., Muñoz-Lerma, J.A., Attarian Shandiz, M., Sanchez-Mata, O., Brochu, M., 2019. Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A* 766, 138395. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138395>

Wang, Y.M., Voisin, T., McKeown, J.T., Ye, J., Calta, N.P., Li, Z., Zeng, Z., Zhang, Y., Chen, W., Roehling, T.T., Ott, R.T., Santala, M.K., Depond, P.J., Matthews, M.J., Hamza, A.V., Zhu, T., 2018. Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility. *Nat Mater* 17, 63–71. <https://doi.org/10.1038/nmat5021>

Williamson, G.K., Smallman, R.E., 1956. III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 1, 34–46. <https://doi.org/10.1080/14786435608238074>

- Wonneberger R., Seyring M., Freiberg K., Carlsson A., Rensberg J., Abendroth B., Stöcker H., Rettenmayr M., Undisz A., 2019. Oxidation of stainless steel 316L - Oxide grains with pronounced inhomogeneous composition. *Corrosion Science* 149, 178–184. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.12.035>
- Wu, A.S., Brown, D.W., Kumar, M., Gallegos, G.F., King, W.E., 2014. An Experimental Investigation into Additive Manufacturing-Induced Residual Stresses in 316L Stainless Steel. *Metall and Mat Trans A* 45, 6260–6270. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2549-x>
- Wu, Y., Guelorget, B., Sun, Z., Déturche, R., Retraint, D., 2019. Characterization of gradient properties generated by SMAT for a biomedical grade 316L stainless steel. *Materials Characterization* 155, 109788. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109788>

## X

- Xue, Q., Cerreta, E.K., Gray, G.T., 2007. Microstructural characteristics of post-shear localization in cold-rolled 316L stainless steel. *Acta Materialia* 55, 691–704. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.001>
- Xue, Q., Liao, X.Z., Zhu, Y.T., Gray, G.T., 2005. Formation mechanisms of nanostructures in stainless steel during high-strain-rate severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A, The Langdon Symposium: Flow and forming of Crystalline Materials* 410–411, 252–256. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.022>

## Y

- Yakout, M., Elbestawi, M.A., Veldhuis, S.C., 2018. A study of thermal expansion coefficients and microstructure during selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L. *Additive Manufacturing* 24, 405–418. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.09.035>
- Yin, Y.J., Sun, J.Q., Guo, J., Kan, X.F., Yang, D.C., 2019. Mechanism of high yield strength and yield ratio of 316 L stainless steel by additive manufacturing. *Materials Science and Engineering: A* 744, 773–777. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.092>
- Yu, J., Kim, D., Ha, K., Jeon, J.B., Lee, W., 2020. Strong feature size dependence of tensile properties and its microstructural origin in selectively laser melted 316L stainless steel. *Materials Letters* 275, 128161. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128161>
- Yusuf, S.M., Chen, Y., Boardman, R., Yang, S., Gao, N., 2017. Investigation on Porosity and Microhardness of 316L Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting. *Metals* 7, 64. <https://doi.org/10.3390/met7020064>

## Z

- Zaeh, M.F., Ott, M., 2011. Investigations on heat regulation of additive manufacturing processes for metal structures. *CIRP Annals* 60, 259–262. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2011.03.109>
- Zeng, Z., He, J., Xiang, Z., Sun, Q., Wu, Y., Wang, S., 2020. Embrittlement of 316L stainless steel in electropulsing treatment. *Journal of Materials Research and Technology* 9, 10669–10678. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.07.064>
- Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., Liu, B., 2010. A Coupled Electrical–Thermal–Mechanical Modeling of Gleeble Tensile Tests for Ultra-High-Strength (UHS) Steel at a High Temperature. *Metall and Mat Trans A* 41, 2304–2317. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0310-7>
- Zhang, H., Zhao, J., Liu, J., Qin, H., Ren, Z., Doll, G.L., Dong, Y., Ye, C., 2018. The effects of electrically-assisted ultrasonic nanocrystal surface modification on 3D-printed Ti-6Al-4V alloy. *Additive Manufacturing* 22, 60–68. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.04.035>
- Zhang, H.W., Hei, Z.K., Liu, G., Lu, J., Lu, K., 2003. Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. *Acta Materialia* 51, 1871–1881. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00594-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00594-3)
- Zhang, J., Chaudhari, A., Wang, H., 2019. Surface quality and material removal in magnetic abrasive finishing of selective laser melted 316L stainless steel. *Journal of Manufacturing Processes* 45, 710–719. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.07.044>

- Zhang, J., Han, W., Rui, W., Li, J., Huang, Z., Sui, F., 2020. Deformation Mechanisms of 316L Austenitic Stainless Steel Tubes under Equal Channel Angular Pressing. *J. of Materi Eng and Perform* 29, 1253–1261. <https://doi.org/10.1007/s11665-020-04683-3>
- Zhang, M., Sun, C.-N., Zhang, X., Goh, P.C., Wei, J., Hardacre, D., Li, H., 2017. Fatigue and fracture behaviour of laser powder bed fusion stainless steel 316L: Influence of processing parameters. *Materials Science and Engineering: A* 703, 251–261. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.071>
- Zhang, X., Li, H., Zhan, M., 2018. Mechanism for the macro and micro behaviors of the Ni-based superalloy during electrically-assisted tension: Local Joule heating effect. *Journal of Alloys and Compounds* 742, 480–489. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.325>
- Zhang, Y., Proust, G., Retraint, D., Wang, H., Gan, Y., 2021. Predicting mechanical properties of 316L stainless steel subjected to SMAT: A sequential DEM-FEM investigation. *International Journal of Mechanical Sciences* 193, 106173. <https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2020.106173>
- Zhao, W., Liu, D., Zhang, X., Zhang, H., Liu, J., Ma, C., Zhang, R., Dong, Y., Ye, C., 2020. The effect of electropulsing-assisted ultrasonic nanocrystal surface modification on the microstructure and properties of 300M steel. *Surface and Coatings Technology* 397, 125994. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125994>
- Zhou, J., Retraint, D., Sun, Z., Kanouté, P., 2018. Comparative study of the effects of surface mechanical attrition treatment and conventional shot peening on low cycle fatigue of a 316L stainless steel. *Surface and Coatings Technology* 349, 556–566. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.06.041>
- Zhou, Y., Xiao, S., Guo, J., 2004. Recrystallized microstructure in cold worked brass produced by electropulsing treatment. *Materials Letters* 58, 1948–1951. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2003.11.035>
- Ziółkowski, G., Chlebus, E., Szymczyk, P., Kurzac, J., 2014. Application of X-ray CT method for discontinuity and porosity detection in 316L stainless steel parts produced with SLM technology. *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 14, 608–614. <https://doi.org/10.1016/j.acme.2014.02.003>

# Quentin PORTELLA

Doctorat : Matériaux, Mécanique, Optique, Nanotechnologie

Année 2021

## Amélioration par SMAT des performances mécaniques de pièces en 316L issues de la fabrication additive (SLM)

L'objectif de ces travaux de thèse se concentre sur deux points ciblés pour proposer des améliorations de la qualité de pièces en 316L issues de la technologie de FA par *Selective Laser Melting* (SLM). Le premier consiste à identifier les effets d'un traitement mécanique SMAT (*Surface Mechanical Attrition Treatment*) ainsi que des traitements thermiques sur les performances mécaniques de pièces issues de fabrication additive sous sollicitations monotone (traction) et cycliques (fatigue en flexion alternée). Le second porte sur la mise au point d'un post-traitement duplex qui combine le traitement SMAT avec un traitement thermique, réalisé soit par lampes à infrarouge, soit par passage d'un courant électrique, et d'évaluer les effets de ce nouveau type de post-traitement sur les propriétés mécaniques de l'acier 316L SLM. L'impact du traitement SMAT sur l'état de surface, la résistance mécanique en traction et la tenue en fatigue de cet alliage s'est avéré très bénéfique. L'amélioration des propriétés mécaniques a cependant été accompagnée d'une baisse de ductilité. Le nouveau post-traitement duplex (SMAT/TT) a quant à lui permis d'augmenter davantage la tenue mécanique des pièces, tout en limitant leur baisse de ductilité.

Mots clés : fabrication additive – grenailage de précontrainte – propriétés mécaniques – acier inoxydable austénitique – traitement thermique – acier inoxydable, fatigue.

## Improvement by SMAT of the Mechanical Performance of 316L Parts Produced by Additive Manufacturing (SLM)

The objective of this PhD work is to focus on two points to propose improvements in the quality of 316L parts produced by *Selective Laser Melting* (SLM) AM technology. The first is to identify the effects of *Surface Mechanical Attrition Treatment* (SMAT) and heat treatments on the mechanical performance of additive manufacturing parts under monotonic (tensile) and cyclic (flexural bending fatigue) loading. The second is the development of a new duplex post-treatment that combines the SMAT with a heat treatment, using either infrared lamps or an electric current, and to evaluate the effects of this new post-treatment on the mechanical properties of a 316L SLM steel. The impact of SMAT on the surface quality, strength and fatigue life of this alloy was found to be very beneficial. However, this improvement in mechanical properties was accompanied by a decrease in ductility. The new duplex post-treatment (SMAT/TT) further increased the mechanical strength of the parts, while minimising the decrease in ductility induced by the SMAT alone.

Keywords: additive manufacturing – shot peening – mechanical properties – stainless steel – thermomechanical treatment – metals, fatigue.

Thèse réalisée en partenariat entre :

