



**HAL**  
open science

# Établissement des structures et propriétés mécaniques de l'alliage d'Inconel 625 dans les procédés d'élaboration additive à grande vitesse : arc fil, laser fil, laser poudre et hybride

Ilia Ushakov

## ► To cite this version:

Ilia Ushakov. Établissement des structures et propriétés mécaniques de l'alliage d'Inconel 625 dans les procédés d'élaboration additive à grande vitesse : arc fil, laser fil, laser poudre et hybride. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2023. Français. NNT : 2023LORR0147 . tel-04286143

**HAL Id: tel-04286143**

**<https://theses.hal.science/tel-04286143>**

Submitted on 15 Nov 2023

**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.



**UNIVERSITÉ  
DE LORRAINE**

**BIBLIOTHÈQUES  
UNIVERSITAIRES**

## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact bibliothèque : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)  
*(Cette adresse ne permet pas de contacter les auteurs)*

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



UNIVERSITÉ  
DE LORRAINE C2MP



INSTITUT  
JEAN LAMOUR

## THESE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE

Mention : Science des matériaux, métallurgie

Présentée par **Ilia USHAKOV**

pour obtenir le titre de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE**

### **ETABLISSEMENT DES STRUCTURES ET PROPRIETES MECANIQUES DE L'ALLIAGE D'INCONEL 625 DANS LES PROCEDES D'ELABORATION ADDITIVE A GRANDE VITESSE : ARC FIL, LASER FIL, LASER POUDRE ET HYBRIDE**

Soutenue le 20 juillet 2023

devant le jury composé de :

Nathalie ALLAIN	LEM3 – Université de Lorraine - Metz	Examinateur, Président du jury
Dominique DALOZ	IJL – Université de Lorraine – Nancy	Directeur de Thèse
Pierre MICHAUD	ESTIA Recherche – Bidart	Examinateur
Henri NGUYEN THI	IM2NP – Aix-Marseille Université – Marseille	Rapporteur
Iryna TOMASHCHUK	ICB – Université de Bourgogne – Le Creusot	Rapporteur



# Table des matières

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
1. Fabrication additive métal – Généralités.....	2
2. Procédés de Fabrication Additive métal.....	3
3. Comparaison des procédés DED de la fabrication additive .....	4
3.1. Matière première.....	4
3.2. Productivité.....	5
4. Synthèse .....	7
5. Références .....	8
<b>Chapitre 1. Etat de l’art.....</b>	<b>10</b>
1. Métallurgie de l’alliage Inconel 625 .....	11
1.1. Rôle des éléments de l’alliage 625 .....	12
1.2. Phases présentes .....	12
1.3. État standard de l’alliage 625 .....	14
1.4. Solidification de l’alliage 625 .....	14
1.5. Traitements thermiques de l’alliage 625 solidifié .....	16
2. Solidification – Concepts.....	17
2.1. Croissance contrainte ou colonnaire.....	17
2.2. Microségrégation.....	19
2.2.1. Équilibre à l’interface S / L – Diffusion complète dans le solide et liquide (Cas №1) .....	19
2.2.2. Diffusion complète dans le liquide et nulle dans le solide (Cas №2).....	19
2.2.3. Diffusion limitée dans le liquide et pas de diffusion dans le solide (Cas №3) .....	20
2.2.4. Perte d’équilibre à l’interface (Cas №4).....	21
3. Etablissement des structures dans la fabrication additive métal .....	22
3.1. Croissance épitaxiale des grains.....	22
3.2. Croissance équiaxe .....	23
4. Contrôle de l’établissement de la microstructure .....	26
4.1. Stratégie de dépôt .....	26
4.2. Oscillations de la source de chaleur .....	27
4.3. Pulsations de la source .....	28
4.4. Vitesse du scan .....	28
4.5. Préchauffage .....	29
4.6. Apport du fil ou de la poudre .....	29
4.7. Autres procédés .....	29
4.7.1. Inoculation.....	29
4.7.2. Ultrasons.....	30
4.7.3. Martelage et laminage entre passes .....	30
4.7.4. Force centrifuge.....	30
4.7.5. Changement du motif et de mode de dépôt .....	30
4.7.6. Refroidissement actif.....	30
5. Transitions hybrides .....	30
6. Propriétés mécaniques dans la fabrication additive métal .....	31

7. Conclusion du chapitre .....	33
8. Références .....	34
<b>Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques .....</b>	<b>40</b>
1. Alliage In625 : fil, poudre et conventionnel .....	41
1.1. Procédés DED : Arc et Laser .....	41
1.1.1. Dépôt Arc/Fil .....	41
1.1.2. Dépôt Laser/Fil .....	43
1.1.3. Dépôt Laser/Poudre .....	44
1.1.4. Dépôt Hybride Laser/Fil/Poudre .....	45
2. Métallographie et microscopie optique .....	46
2.1. Microscopie électronique à balayage MEB .....	47
2.2. Spectrométrie par sélection d'énergie EDS / Analyse à la microsonde de Castaing EPMA .....	48
2.3. Diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD .....	48
3. Traitements thermiques .....	50
4. Microdureté .....	50
5. Essais de traction .....	50
6. Modélisation : Thermo-Calc, Ansys Fluent .....	51
6.1. Thermo-Calc .....	51
6.2. Ansys Fluent .....	51
7. Références .....	52
<b>Chapitre 3. Formation des structures .....</b>	<b>54</b>
1. Formation des structures dans le procédé Arc/Fil .....	55
1.1. Macrostructure .....	55
1.2. Microstructures .....	57
1.2.1. Microstructures colonnaires .....	57
1.2.2. Microstructures équiaxes .....	58
1.3. Origine des zones équiaxes .....	72
1.3.1. Analyse thermique .....	72
1.3.2. Influence des Oscillations .....	73
1.3.3. Rôle des Pulsations .....	74
2. Formation des structures dans le procédé Laser/Fil .....	77
2.1. Macrostructure .....	77
2.2. Microstructure .....	79
2.2.1. Microtexture .....	80
2.2.2. Phases présentes et microségrégation .....	83
3. Formation des structures dans le procédé Laser/Poudre .....	84
3.1. Macrostructure .....	84
3.2. Microstructure .....	86
3.2.1. Caractérisation des zones équiaxes .....	89
4. Comparaison des procédés .....	92
5. Conclusion .....	95
6. Références .....	96
<b>Chapitre 4. Formation de la zone Hybride – Laser/Fil/Poudre .....</b>	<b>97</b>
1. Macrostructure .....	98

## Table des matières

2. Microstructure .....	99
2.1. Microstructure du dépôt Fil .....	99
2.2. Microstructure du dépôt Poudre .....	101
2.3. Transition Fil/Poudre .....	102
2.4. Autre mécanisme de sélection - Grains non-fondus et affinement des grains .....	108
2.5. Analyse de dimensionnement de la transition Fil/Poudre dans le mur escalier .....	110
3. Discussions .....	112
3.1. Grains surfaciques non-fondus .....	112
3.2. Croissance épitaxiale et sélection de l'orientation des grains .....	112
3.3. Zone de transition Fil/Poudre .....	113
4. Conclusion et perspectives .....	113
5. Références .....	113
<b>Chapitre 5 . Traitements thermiques .....</b>	<b>115</b>
1. Traitement d'homogénéisation et recristallisation.....	116
1.1 Résultats expérimentaux .....	116
1.1.1 Dépôt Laser/Fil.....	116
1.1.1.1 Macrostructure.....	116
1.1.1.2 Microstructure - Ségrégation .....	117
1.1.1.3 Recristallisation .....	119
1.1.2 Dépôt Laser/Poudre.....	120
1.1.2.1 Zones colonnaires .....	120
1.1.2.2 Zones équiaxes .....	122
1.1.3 Dépôt Arc/Fil.....	124
1.1.3.1 Zones colonnaires .....	124
1.1.3.2 Zones équiaxes .....	126
1.2 Synthèse et discussion des résultats.....	129
1.3 Cinétiques de précipitations .....	129
1.3.1 Dépôt Laser/Fil.....	129
1.3.2 Dépôt Laser/Poudre .....	130
1.3.3 Dépôt Arc/Fil.....	130
1.4 Recristallisation .....	131
1.4.1 Structure colonnaire .....	132
1.4.2 Structure équiaxe .....	132
2. Occurrence de la symétrie pentagonale.....	135
2.1. Observations expérimentales .....	135
2.1.1. Constatations préliminaires .....	135
2.2. Hypothèses sur l'origine .....	137
2.2.1. Germination depuis un arrangement icosaédrique dans la phase liquide .....	137
2.2.2. Germination sur précipités.....	139
2.2.3. Contraintes résiduelles.....	141
2.3. Mécanisme de croissance des zones pentagonales .....	148
2.4. Synthèse sur la symétrie pentagonale .....	152
3. Traitement thermique de vieillissement.....	152
3.1 Microstructure après 60h de vieillissement .....	153
3.2 Microstructure après 408h de vieillissement .....	154
4. Réponse au traitement thermique de la zone équiaxe Laser/Poudre.....	156

## Table des matières

5. Evolution des Propriétés mécaniques au cours du traitement de mise en solution et vieillissement.....	157
5.1 Réponse à la remise en solution en terme de microdureté .....	157
6. Conclusion .....	159
7. Références .....	160
<b>Chapitre 6. Propriétés mécaniques – Arc/Fil, Laser/Fil, Laser/Poudre, Hybride – Laser/Fil/Poudre.....</b>	<b>163</b>
1. Caractérisation de la microdureté .....	164
1.1. Procédé Arc/Fil.....	164
1.2. Comparaison des procédés : profils de microdureté.....	165
2. Essais de traction uniaxiale.....	166
2.1. Procédé Arc/Fil.....	166
2.1.1. Résultats des essais de traction.....	166
2.1.2. Faciès de rupture.....	167
2.1.3. Discussion.....	168
2.2. Procédé Laser/Fil.....	169
2.2.1. Eprouvettes cylindriques .....	169
2.2.2. Examen des faciès de rupture .....	170
2.2.3. Discussion.....	173
2.2.6. Synthèse sur les mécanismes de déformation de Laser/Fil .....	174
2.3. Procédé Laser/Poudre.....	174
2.4. Comparaison des procédés .....	176
3. Comportement mécaniques des interfaces hybrides .....	177
4. Essais de traction de la zone transitoire .....	178
Faciès de rupture .....	180
Hybride Laser/poudre Laser/Fil direction 45°, IBD .....	180
5. Conclusion .....	181
6. Références .....	182
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>183</b>
Annexe 1 - Inclusions dans le procédé Laser/Fil.....	185
Annexe 2 - Traitement thermique des zones équiaxes .....	186
Annexe 3 - Réponse au vieillissement de la jonction hybride.....	191
Annexe 4 – Simulations Thermo-Calc .....	194

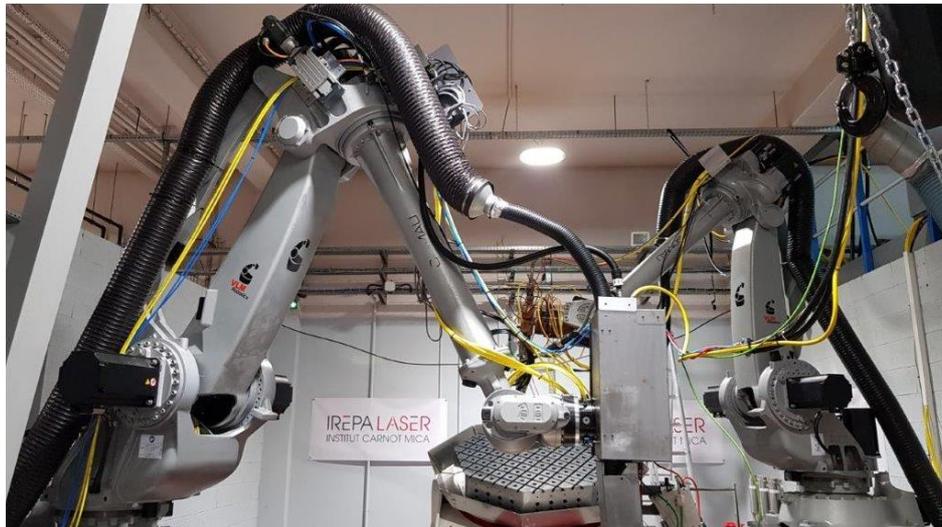


### Introduction générale

Le travail de cette thèse a été effectué au sein du projet PAM-PROD (Procédés additive manufacturing – Productivité), dont l'objectif est de concevoir une machine industrielle (**Figure 1**) permettant de fabriquer par fabrication additive des pièces de grandes dimensions, allant jusqu'à 5 mètres (**Figure 2**). Un avantage supplémentaire de la machine sera la possibilité de réaliser des dépôts hybrides composés de dépôt fil et dépôt poudre. Les marchés visés sont : Oil&Gas, l'aéronautique, le transport et l'énergie. Les matériaux de dépôts envisagés sont des aciers, des alliages de base titane et de base nickel.

Pour se positionner sur le marché, la taille des pièces envisagées nécessite une productivité élevée se traduisant par un critère imposé sur la vitesse de dépôt de fil :  $600 \text{ cm}^3/\text{h}$ . Par ailleurs, ne serait-ce qu'au regard de la quantité de matière mise en œuvre, l'anticipation de la formation des défauts, des contraintes résiduelles dans le but de réaliser « juste » au premier coup est une demande importante du projet.

Pour mener à bien ce projet, un consortium d'acteurs s'est regroupé : IREPA LASER (construction d'une machine-prototype), APERAM (fabrication et adaptation des consommables matériaux), ESTIA (développement du pilotage de moyens robotisés), INSTITUT JEAN LAMOUR (expertise matériaux et essais mécaniques), PRODWAYS (fabrication de machines) et TPSH (systèmes de monitoring).



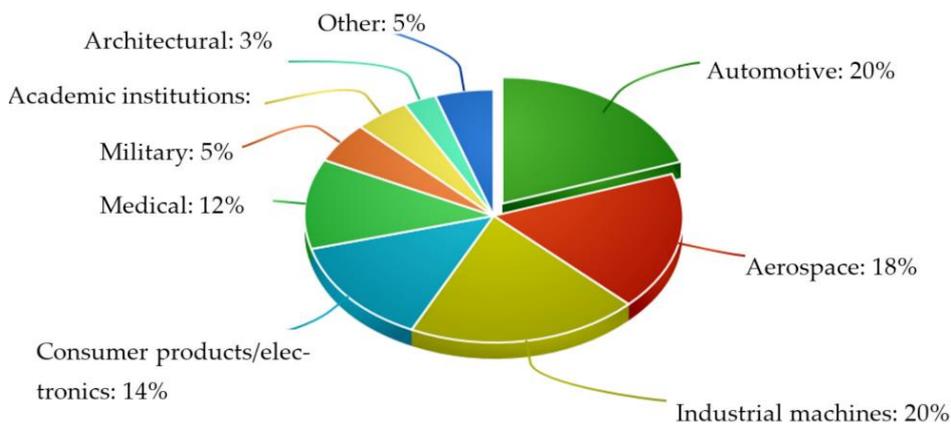
**Figure 1 :** Cellule avec la machine hybride PAM-PROD.



**Figure 2 :** Exemple d'une pièce fabriquée avec la machine PAM-PROD.

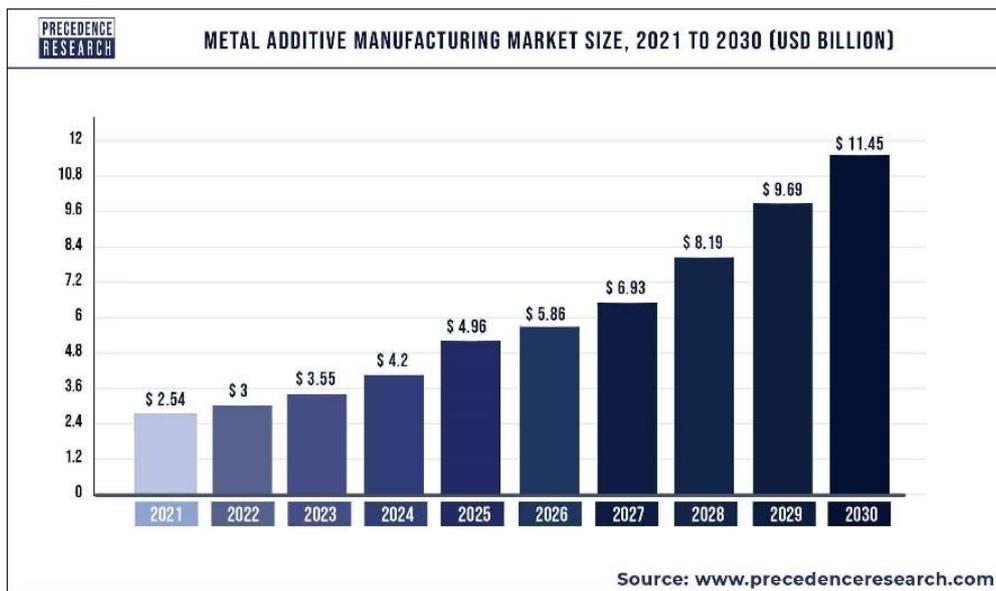
### 1. Fabrication additive métal – Généralités

La Fabrication Additive (FA) est un procédé d'assemblage de matériaux pour fabriquer des objets à partir d'un modèle 3D, habituellement couche par couche, par opposition aux méthodes de fabrication soustractives, telles que l'usinage traditionnel ou les procédés de mise en forme par moulage ou par déformation plastique comme le forgeage [1]. Cette propriété unique permet de produire des pièces complexes à partir de design donné afin d'éviter des nombreuses étapes de la production conventionnelle. Cela concerne plus des pièces métalliques à haute valeur ajoutée, car permet de réduire les chutes du matériau, d'éviter l'assemblage, d'effectuer la réparation des pièces etc. A la fin, cela permet de réduire les coûts de la production. La fabrication additive facilite beaucoup le prototypage industriel, permet de produire les pièces uniques, afin d'éviter la production de grand volume, les complications de la production en série et le temps nécessaire. Pour cela, la FA devient le nouveau paradigme de la production d'aujourd'hui dans plusieurs domaines d'application : aérospatial, automobile, machines industrielles, médical, énergie, transport, pétrolière, etc. La répartition des marchés au cours de 2020 est donnée sur la **Figure 3**.



**Figure 3 :** Répartition du marché de la FA métal [2].

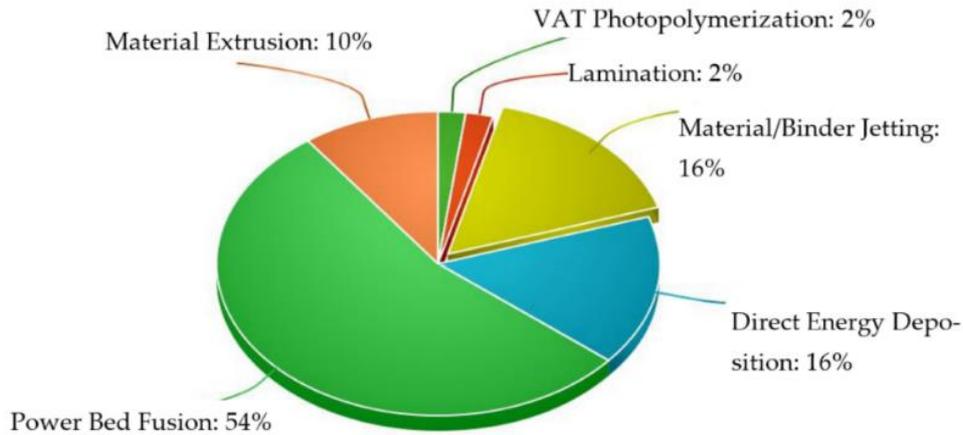
Le marché de la FA métal est déjà important : environ 3 milliards \$ avec des perspectives de croissance vers 11,45 milliards \$ à l'horizon 2030 (**Figure 4**). Le marché mondial est en cours de développement avec des perspectives importantes, ce qui fait accélérer la R&D et les investissements.



**Figure 4 :** Taille du marché de la FA métal [3].

## 2. Procédés de Fabrication Additive métal

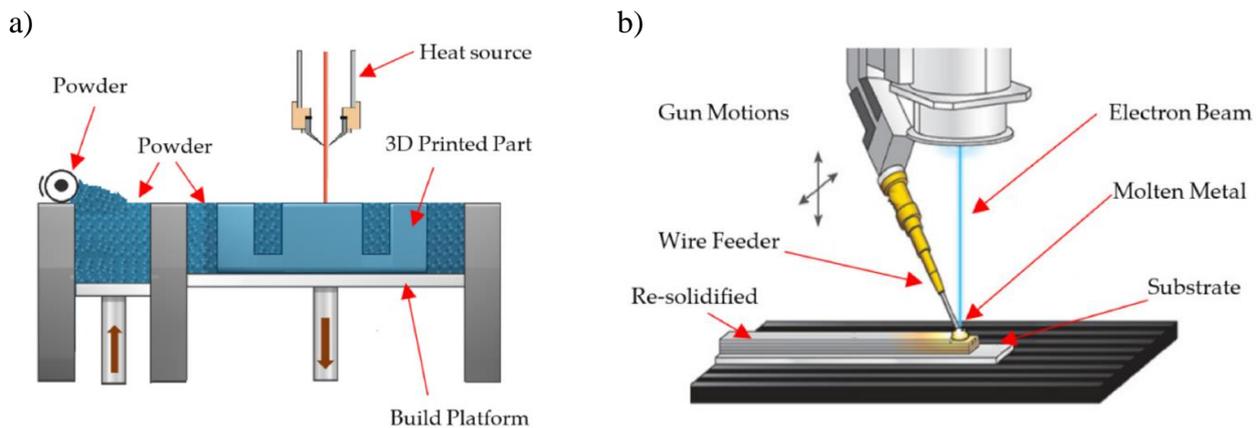
La FA métal recouvre plusieurs procédés de déposition, desquels on peut distinguer deux grandes familles : le « lit de poudre » et le dépôt d'énergie direct (DED). Le dépôt de « lit de poudre » présente en 2020 54 % des machines de la FA métal, contre 16 % pour les machines DED - la **Figure 5**.



**Figure 5 :** Répartition des procédés de la FA métal [2].

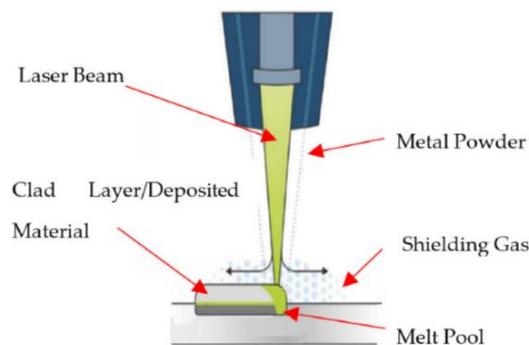
Le principe de fonctionnement des procédés de « lit de poudre », DED fil et DED poudre est décrit sur la **Figure 6**. Dans le procédé « lit de poudre » une couche de poudre est déposée par un répartiteur, puis le laser fait un scan suivant un contour de la pièce avec fusion/solidification d'une couche de poudre, ensuite la plateforme qui contient la pièce descend, un nouveau lit de poudre est ajouté et le cycle est répété.

Les procédés DED fil sont majoritairement issus des procédés de soudage : la source d'énergie (laser / faisceau d'électron ou arc) crée un bain liquide constitué de la matière à déposer (fil ou poudre) apportée en continu et de la refusion des couches antérieures, l'ensemble « source d'énergie / dépôt de fil – poudre » se déplaçant pour créer la pièce. Les procédés DED poudre relèvent du même principe, un apport continu de poudre remplaçant le fil.



## Introduction générale

c)



**Figure 6 :** Procédés de la FA métal : a) « lit de poudre » ; b) DED fil ; c) DED poudre [2].

De nombreuses études portent sur la comparaison des procédés en terme (entre autre) de puissance, vitesse de dépôt, débit de matière, taille de pièces réalisables, précision dimensionnelle, état de surface [4–9]. En première analyse, il ressort que les procédés « lit de poudre » fonctionnent avec une vitesse de balayage de la source plus élevée que les procédés DED, conduisant à une taille de bain plus petite, des vitesses de solidification plus élevée, des microstructures plus fines et aux plus fortes vitesses une diminution de la microségrégation par piégeage de soluté [10,11], et un meilleur état de surface [4]. La présence d’une enceinte dans les procédés « lit de poudre », permet un meilleur contrôle de l’atmosphère facilitant l’élaboration d’alliages « réactifs », mais cette même enceinte limite également la taille des pièces réalisées. Par ailleurs, les procédés « lit de poudre » ont une vitesse d’élaboration plus faible que les procédés DED (**Tableau 1**).

Pour ces raisons, les procédés « lit de poudre » sont difficilement compatibles avec les objectifs croisés de « forte productivité » et de « pièces de grandes dimensions » et sont plutôt orientés vers des productions de petites pièces : le projet PAM-PROD s’est orienté sur les procédés DED.

**Tableau 1 :** Comparaison des procédés DED et «lit de poudre» [4].

Process	DED			PBF	
	Powder	Wire	Electric arc	Laser	E-beam
Feedstock	Powder	Wire	DED-PA/DED-GMA	PBF-L	PBF-EB
Heat source	Laser	E-beam	Electric arc	Laser	E-beam
Nomenclature	DED-L	DED-EB	DED-PA/DED-GMA	PBF-L	PBF-EB
Power (W)	100–3000	500–2000	1000–3000	50–1000	50–1000
Speed (mm/s)	5–20	1–10	5–15	10–1000	10–1000
Max. feed rate (g/s)	0.1–1.0	0.1–2.0	0.2–2.8	–	–
Max. build size (mm × mm × mm)	2000 × 1500 × 750	2000 × 1500 × 750	5000 × 3000 × 1000	500 × 280 × 320	500 × 280 × 320
Production time	High	Medium	Low	High	High
Dimensional accuracy (mm)	0.5–1.0	1.0–1.5	Intricate features are not possible	0.04–0.2	0.04–0.2
Surface roughness (µm)	4–10	8–15	Needs machining	7–20	7–20
Post processing	HIP and surface grinding are seldom required	Surface grinding and machining is required to achieve better finish	Machining is essential to produce final parts	HIP is rarely required to reduce porosity	HIP is rarely required to reduce porosity

### 3. Comparaison des procédés DED de la fabrication additive

#### 3.1. Matière première

La différence majeure entre les procédés DED poudre et fil consiste en la matière première dont la qualité détermine les propriétés du dépôt.

La qualité de la poudre est déterminée par la composition, la taille des particules et la distribution, la forme des particules, la morphologie de surface, la présence des satellites et de la porosité interne [12]. En ce qui concerne la qualité du fil, c’est essentiellement la composition qui est importante : les autres

## Introduction générale

facteurs comme le diamètre du fil, la morphologie et l'état de surface ne varient pas beaucoup entre les fils des différents producteurs. Cela rend la poudre plus sensible en terme de qualité.

Un autre aspect important est la surface spécifique de la poudre, qui augmente lorsque la distribution de la taille de poudre diminue. La comparaison de la surface spécifique entre le fil et la poudre de l'alliage 625 a été effectuée dans le travail [13] et le résumé est donné dans le **Tableau 2**. On observe qu'avec la diminution du diamètre du fil la surface spécifique n'augmente pas radicalement, en revanche pour la poudre une diminution de la taille de particules fait changer rapidement l'ordre de grandeur de la surface spécifique et le nombre de particules nécessaires pour avoir 1 g. Le fil est donc beaucoup moins sensible à la pollution et à l'oxydation que la poudre.

**Tableau 2 :** Comparaison entre les matières premières : fil et poudre [13].

Powder grain size	Number of powder particles (1 g)	Total surface area of powder (1 g)	Wire diameter	Wire length (1 g)	Total surface area of wire (1 g)
10 $\mu\text{m}$	230 000 000	71 000 $\text{mm}^2$	0.8 mm	250 mm	600 $\text{mm}^2$
50 $\mu\text{m}$	1 800 000	14 000 $\text{mm}^2$	1.0 mm	150 mm	480 $\text{mm}^2$
100 $\mu\text{m}$	227 000	7 100 $\text{mm}^2$	1.2 mm	120 mm	400 $\text{mm}^2$
150 $\mu\text{m}$	67 000	4 800 $\text{mm}^2$	1.6 mm	60 mm	300 $\text{mm}^2$

Néanmoins, la surface spécifique du fil qui est faible rend difficile la fusion du fil, car la réflectivité de celui-ci est élevée [13]. Cela nécessite une augmentation de la puissance de laser, autrement la qualité finale peut être détériorée. D'autres techniques peuvent être alors utilisées pour pallier ce problème, notamment le préchauffage du fil [14].

### 3.2. Productivité

La productivité du procédé étudiée ici uniquement à l'échelle du dépôt est définie par la quantité de matière déposée par intervalle de temps. Elle est mesurée soit en débit volumique ( $\text{m}^3/\text{h}$ ), soit massique ( $\text{kg}/\text{h}$ ). Dérivées le plus souvent des procédés de soudage, les techniques de dépôt se « concurrencent » entre elles et la littérature est riche en comparaison des procédés [2,4,13,15]. Dans sa thèse sur les dépôts de type « cladding » [13] Näkki décrit pour les procédés à l'arc des valeurs de productivité comprises entre 5 et 14  $\text{kg}/\text{h}$  avec des énergies linéiques importantes (jusqu'à 2,2  $\text{kJ}/\text{mm}$ ), pouvant conduire à un échauffement important de la pièce et donner lieu à des distorsions importantes (**Tableau 3**). Des vitesses de dépôt de 9  $\text{kg}/\text{h}$  peuvent être également obtenues avec une diode laser.

La productivité peut également être améliorée en jouant sur l'apport de matière. Par exemple, le procédé tandem apporte ainsi 2 fils dans le bain fondu conduisant à des productivités de 8  $\text{kg}/\text{h}$  en GMAW, le procédé Electro Slag Welding (ESW), qui utilise la matière première de forme différente peut atteindre une vitesse de déposition de plus de 20  $\text{kg}/\text{h}$  [16]. Un autre exemple avec le fil de « C type » dans le procédé Super-TIG améliore le transfert dans le bain, ayant la productivité de 6,1  $\text{kg}/\text{h}$  [17].

**Tableau 3 :** Comparaison des procédés DED Fil [13].

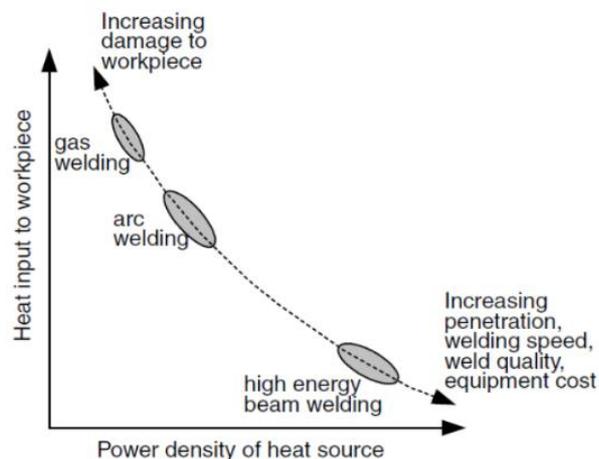
Cladding process	Power (kW)	Deposition rate (kg/h)	Efficiency (kg/kW/hr)	Relative heat input/distortion	Notes
High Power Diode Laser	7	9	1.29	1	Powder cladding rate. Expect greater efficiency & higher deposition with "dual hot wire"
Plasma Arc Welding (PTA)	7.5	5.4	0.72	3	250 A x 30 V + "hot wire" Heat input: 2 kJ/mm
Gas Tungsten Arc Welding (GTAW)	6	4.5	0.75	6	400 A x 15 V + "hot wire"
Gas Metal Arc Welding (GMAW)	12	7.6	0.63	10	400 A x 30 V, Ø2,8 mm wire Heat input: 1.5–1.7 kJ/mm
Submerged Arc Welding (SAW)	25	13.5	0.54	20	800 A x 32 V, Ø4 mm wire, DC Heat input: 2.2 kJ/mm
CMT (GMAW)*	4	5	1.25	?	175 A x 16,2 V, Ø1.2 mm wire Heat input: 0.2–0.3 kJ/mm

Le paramètre critique de la productivité dans le cas des procédés DED est la vitesse d'apport du fil (Wire Feed Rate en anglais) ou le débit massique de poudre.

Ce paramètre dépend de la taille du bain : pour amener plus de matière à déposer, la taille du bain liquide doit être plus grande. Cela est nécessaire aussi pour assurer la stabilité du procédé, car le fil peut osciller pendant qu'il plonge dans le bain liquide ou toucher le bord du bain. La taille du bain est déterminée par l'énergie linéique  $E_l$  [10], rapport entre la puissance de la source P sur la vitesse de balayage de celle-ci V :

$$E_l = \frac{P}{v} \text{ (J/m)} \quad (1)$$

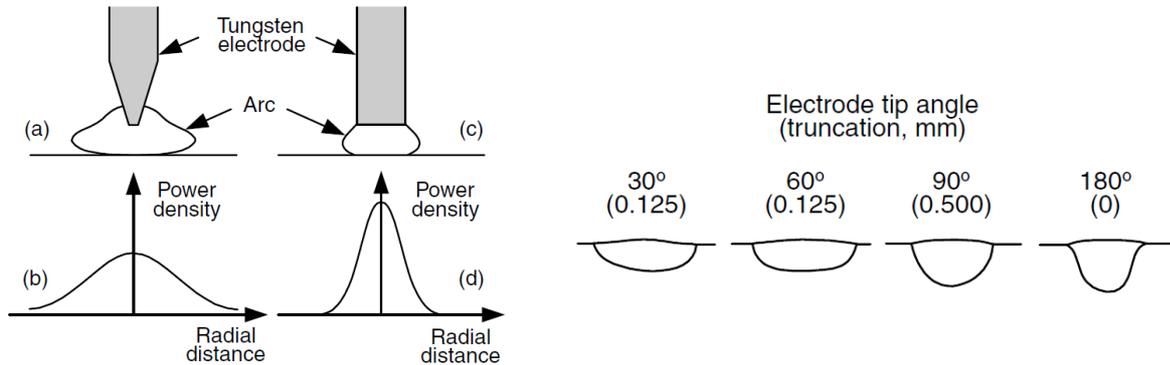
La puissance de la source, augmente progressivement du soudage à gaz, soudage à l'arc au soudage par faisceaux d'électrons ou laser. En même temps, la quantité de chaleur transmise au dépôt diminue avec la densité de puissance apportée. L'augmentation de la quantité de chaleur apportée peut endommager la pièce et peut provoquer la recristallisation ou la distorsion de la pièce comme l'indique Kou [10] (**Figure 7**).



**Figure 7 :** Lien entre la densité de puissance de la source d'énergie et la quantité de chaleur apportée [10].

## Introduction générale

La densité de puissance va également jouer un rôle sur la forme du bain. Dans le procédé arc, augmenter l'angle de l'électrode augmente cette dernière. Le bain devient ainsi plus profond et le ratio profondeur/largeur augmente, modifiant la forme des écoulements. Tout cela signifie que l'écoulement dans le bain liquide et la convection sont fortement affectés par le changement d'angle d'électrode (**Figure 8**).



**Figure 8 :** Lien entre l'angle de l'électrode et la densité de puissance de la source et la forme du bain liquide [10].

En comparaison avec l'arc électrique, le laser a une densité de puissance plus élevée, donc il est plus focalisé. Pour la même puissance le bain liquide est plus petit ; cela augmente la pénétration et peut donner lieu à l'effet keyhole défavorable, car il peut provoquer la formation des porosités. Donc pour élargir le bain liquide il est possible d'augmenter le diamètre de spot en utilisant le système optique du laser pour défocaliser le spot. D'autres possibilités consistent à faire osciller le laser [18,19] ou à réduire la puissance du laser par les pulsations [20].

## 4. Synthèse

Nous avons vu que les techniques DED sont les plus prometteuses en terme à la fois de productivité de de taille de pièces réalisables. De nombreuses variantes existent pour lesquelles la plus grande différence réside dans la densité de puissance de la source d'énergie.

Compte tenu des différences importantes concernant la formation du bain liquide entre procédés à l'arc et procédés à haute densité énergétique, mais aussi de leurs spécificité respective de mise en œuvre de façon industrielle (différence de coût, de protection...), il est intéressant de comparer pour les mêmes vitesses de déposition, les structures et les propriétés du même alliage.

Dans le cadre du projet, des essais préliminaires ont été réalisés avec plusieurs techniques : arc fil, plasma fil assisté laser, laser fil d'où il est ressorti que les plus robustes et matures d'un point de vue « productivité / grande pièce » étaient les procédés arc fil et laser fil. De la même manière, des essais ont été réalisés sur des alliages de TA6V, Acier 316L, Inconel 718 et Inconel 625 démontrant la faisabilité (avec amélioration de l'inertage du dispositif pour le TA6V). Pour des raisons de coût et d'approvisionnement de matière première, c'est sur l'Inconel 625 que s'est finalement porté la plupart des essais réalisés.

Concernant la construction hybride, seul le procédé DED Laser CLAD de dépôt de poudre a été retenu (procédé « propriétaire » de IREPA LASER).

Ce sont donc finalement l'alliage 625 élaboré à grande vitesse par procédé Laser Fil, Arc Fil et DED LASER CLAD qui ont été retenus pour une étude comparative approfondie dans le cadre de ce travail de thèse, en se limitant également à l'hybridation Laser Fil / Laser Poudre.

Le premier chapitre de ce mémoire dressera l'état des lieux sur l'alliage 625, la solidification, l'établissement des structures, les techniques de leurs contrôle et les propriétés mécaniques. Le deuxième chapitre traitera des techniques expérimentales de caractérisation et d'élaboration, puis le troisième chapitre abordera la caractérisation approfondie des microstructures relatives à chacun des procédés

utilisés. Le chapitre 4 sera consacré à la transition hybride. Les résultats des traitements thermiques appliqués à chacun des procédés seront décrits dans le chapitre 5. Les caractérisations mécaniques seront abordées dans le chapitre 6, et ensuite une synthèse générale dégageant quelques pistes de réflexions pour la poursuite des travaux sera présentée.

### 5. Références

- [1] F42 Committee *Terminology for Additive Manufacturing Technologies*, (ASTM International)
- [2] Vafadar A, Guzzomi F, Rassau A and Hayward K 2021 Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges *Applied Sciences* **11** 1213
- [3] Precedence Research *Metal Additive Manufacturing Market (By Type: Selective Laser Melting (SLM), Electron Beam Melting (EBM), Powder Bed Fusion, Sheet Lamination, Directed Energy Deposition, Binder Jetting; By Application: Automotive Industry, Aerospace Industry, Healthcare & Dental Industry, Tools and Mold, Academic Institutions, Others) - Global Industry Analysis, Size, Share, Growth, Trends, Regional Outlook, and Forecast 2022 – 2030*
- [4] DebRoy T, Wei H L, Zuback J S, Mukherjee T, Elmer J W, Milewski J O, Beese A M, Wilson-Heid A, De A and Zhang W 2018 Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties *Progress in Materials Science* **92** 112–224
- [5] Nguejio J, Szmytka F, Hallais S, Tanguy A, Nardone S and Godino Martinez M 2019 Comparison of microstructure features and mechanical properties for additive manufactured and wrought nickel alloys 625 *Materials Science and Engineering: A* **764** 138214
- [6] Ye X, Zhang P, Zhao J and Ma P 2018 Effect of macro- and micro-segregation on hot cracking of Inconel 718 superalloy argon-arc multilayer cladding *Journal of Materials Processing Technology* **258** 251–8
- [7] Wu Q, Lu J, Liu C, Fan H, Shi X, Fu J and Ma S 2017 Effect of Molten Pool Size on Microstructure and Tensile Properties of Wire Arc Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V Alloy *Materials* **10** 749
- [8] Xu X, Ganguly S, Ding J, Seow C E and Williams S 2018 Enhancing mechanical properties of wire + arc additively manufactured INCONEL 718 superalloy through in-process thermomechanical processing *Materials & Design* **160** 1042–51
- [9] Yang H, Jing G, Gao P, Wang Z and Li X 2020 Effects of circular beam oscillation technique on formability and solidification behaviour of selective laser melted Inconel 718: From single tracks to cuboid samples *Journal of Materials Science & Technology* **51** 137–50
- [10] Kou S 2003 *Welding metallurgy* (Hoboken, N.J: John Wiley & Sons)
- [11] DuPont J N, Lippold J C and Kiser S D 2009 *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys* (Hoboken, N.J: John Wiley & Sons)
- [12] Chauvet E, Kontis P, Jägler E A, Gault B, Raabe D, Tassin C, Blandin J-J, Dendievel R, Vayre B, Abed S and Martin G 2018 Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based superalloy produced by selective electron Beam Melting *Acta Materialia* **142** 82–94
- [13] Näkki J 2018 *Properties of alloy 625 claddings made with laser and CMT methods* (PhD Thesis Tampere University of Technology)

## *Introduction générale*

- [14] Lu T, Liu C, Li Z, Wu Q, Wang J, Xu T, Liu J, Wang H and Ma S 2020 Hot-wire arc additive manufacturing Ti–6.5Al–2Zr–1Mo–1V titanium alloy: Pore characterization, microstructural evolution, and mechanical properties *Journal of Alloys and Compounds* **817** 153334
- [15] Wu B, Pan Z, Ding D, Cuiuri D, Li H, Xu J and Norrish J 2018 A review of the wire arc additive manufacturing of metals: properties, defects and quality improvement *Journal of Manufacturing Processes* **35** 127–39
- [16] Metrode 2012 *Strip Cladding Applications brochure* (Metrode Products Ltd)
- [17] Jun J H, Park J H, Cheepu M and Cho S M 2020 Observation and analysis of metal transfer phenomena for high-current super-TIG welding process *Science and Technology of Welding and Joining* **25** 106–11
- [18] Jiang Z, Chen X, Li H, Lei Z, Chen Y, Wu S and Wang Y 2020 Grain refinement and laser energy distribution during laser oscillating welding of Invar alloy *Materials & Design* **186** 108195
- [19] Wang L, Gao M, Zhang C and Zeng X 2016 Effect of beam oscillating pattern on weld characterization of laser welding of AA6061-T6 aluminum alloy *Materials & Design* **108** 707–17
- [20] Zhang Z, Zhao Y, Chen Y, Su Z, Shan J, Wu A, Sato Y S, Gu H and Tang X 2021 The role of the pulsed-wave laser characteristics on restraining hot cracking in laser cladding non-weldable nickel-based superalloy *Materials & Design* **198** 109346

## **Chapitre 1. Etat de l'art**

1. Métallurgie de l'alliage Inconel 625 .....	11
2. Solidification – Concepts .....	17
3. Etablissement des structures dans la fabrication additive métal .....	22
4. Contrôle de l'établissement de la microstructure .....	26
5. Transitions hybrides .....	30
6. Propriétés mécaniques dans la fabrication additive métal .....	31
7. Conclusion du chapitre .....	33
8. Références .....	34

## Chapitre 1. Etat de l'art

Ce chapitre présente un état de l'art sur le sujet de ce travail de thèse. Dans un premier temps il traitera de la métallurgie de l'alliage 625 : matériau conventionnel, à l'état brut de solidification de fabrication additive (FA) et traité thermiquement. Dans la deuxième partie la solidification en FA sera présentée et la troisième partie abordera les techniques utilisées afin de contrôler l'établissement des structures dans les dépôts par la FA. Finalement un lien structure/propriétés mécaniques sera établi pour les différents procédés de la FA et l'influence des traitements thermiques sur ces propriétés, qui vont fortement déterminer l'application finale de ces pièces.

### 1. Métallurgie de l'alliage Inconel 625

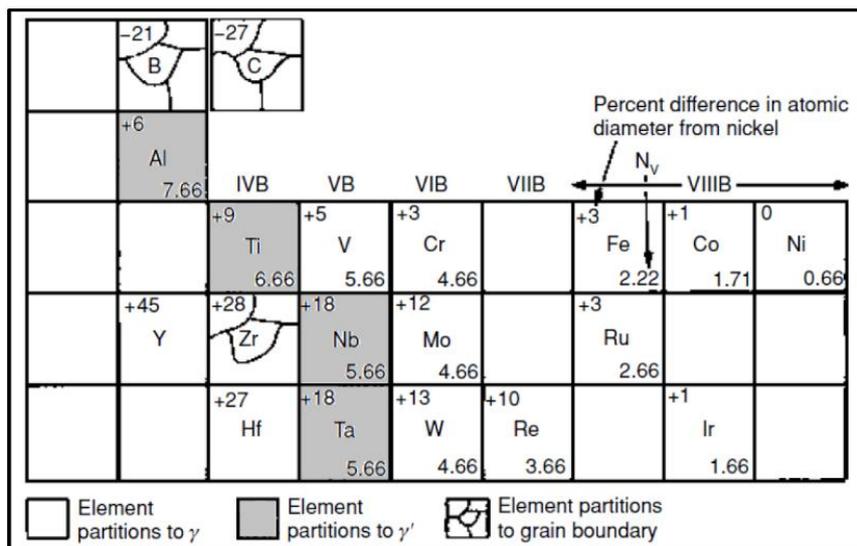
L'alliage 625 est utilisé pour sa haute résistance et ses propriétés de mise en œuvre (soudabilité incluse). Il possède une résistance supérieure dans les différents milieux corrosifs ainsi qu'une très bonne résistance à l'oxydation et à la cémentation [1]. La plage des températures d'usage va des températures cryogéniques jusqu'à 982 °C. Il est utilisé dans l'aérospatial, le chimique, le nucléaire et les transports (surtout en applications marines et sous-marines).

La composition de l'alliage In625 est donnée par Special Metals (**Tableau 1-1**) [1].

**Tableau 1-1 :** Composition de l'alliage 625 [1].

wt.%	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	C	Mn	Si	Al	Ti
<b>In625</b>	58,0 min	20,0- 23,0	5,0 max	8,0- 10,0	3,15- 4,15	0,1 max	0,5 max	0,5 max	0,4 max	0,4 max

Les éléments d'alliages classiques, utilisés dans les bases Ni sont indiqués sur la **Figure 1-1**. La différence des rayons atomiques et de solubilité dans le Ni pur de certains éléments sont donnés. On distingue trois grands groupes dont le comportement dépend directement de leur position dans le tableau périodique. Ni, (Cr), (Fe), (Mo) ségrègent dans la phase  $\gamma$  et la stabilisent. Cr et Fe ont les rayons atomiques proches de Ni une solubilité élevée. (Ti), (Al) et (Nb) ont des rayons atomiques plus grands que Ni et favorisent la formation des phases ordonnées, comme  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ , connue comme  $\gamma'$  (gamma prime). Enfin, (C), (B) et (Zr) ont tendance à ségréger dans les joints de grains de la phase  $\gamma$  austénitique, vu leur grande différence de rayon atomique par rapport à Ni [2,3].



**Figure 1-1 :** Éléments d'alliages importants en lien avec leur position dans le tableau périodique des éléments [3].

## 1.1. Rôle des éléments de l'alliage 625

Cr améliore la résistance à la corrosion. Cr forme également des carbures et oxydes stables et améliore la tenue au fluage [4].

Mo augmente la résistance à la corrosion, mais diminue la tenue à l'oxydation à haute température. Mo forme des carbures et ségrége dans les espacements interdendritiques pendant la solidification. Mo augmente la résistance de la matrice et peut, seul ou par interaction avec Nb, augmenter le durcissement par vieillissement, et participe aux propriétés de fluage [4].

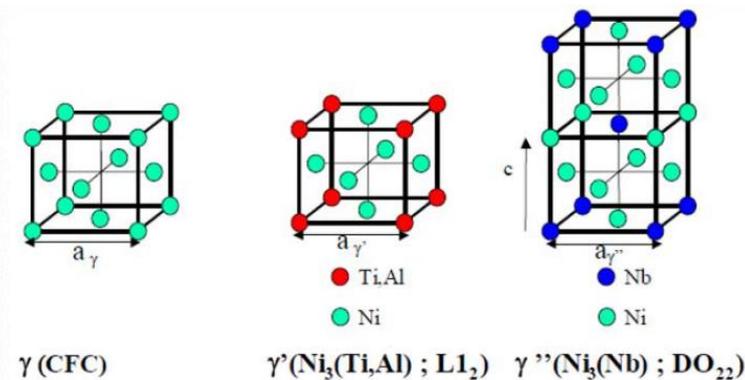
Nb a un effet triple sur le durcissement des bases Ni : solution solide, durcissement structural par formation de  $\gamma''$  et formation des carbures. Néanmoins, Nb ségrége fortement dans les espaces interdendritiques conduisant à la précipitation des phases de Laves qui augmentent la fragilité et rend possible la fissuration en fin de solidification. La solubilité du Nb dans l'alliage s'est d'environ 2,5 % et augmente avec la diminution de la teneur en Mo + Cr. Nb augmente les propriétés de fluage de l'alliage [5].

Ti et Al forment les précipités de phase  $\gamma'$  dans la matrice, mais qui sont peu présents dans l'alliage 625. Les inclusions de TiN restent solide pendant le dépôt, et participent à la nucléation hétérogène pendant la solidification [6]. Al et Ti ont une affinité très élevée avec l'oxygène et forment des oxydes (inclusions) stables. Al et Ti sont intentionnellement maintenus à un faible niveau pour minimiser l'aptitude au durcissement par vieillissement de l'alliage [5].

Le carbone favorise la formation de l'eutectique de type  $\gamma + \text{NbC}$  à la place de  $\gamma + \text{Laves}$ . L'ajout du silicium fait réagir dans le sens opposé au comportement du carbone [5].

## 1.2. Phases présentes

La **matrice  $\gamma$  austénitique**, de structure cristallographique cubique à faces centrées (CFC - groupe d'espace Fm-3m) (**Figure 1-2**) et de paramètre de maille  $a = 3,523 \text{ \AA}$  pour Ni pur et  $a = 3,602 \text{ \AA}$  pour la solution solide désordonnée, est la phase majoritaire de [7].



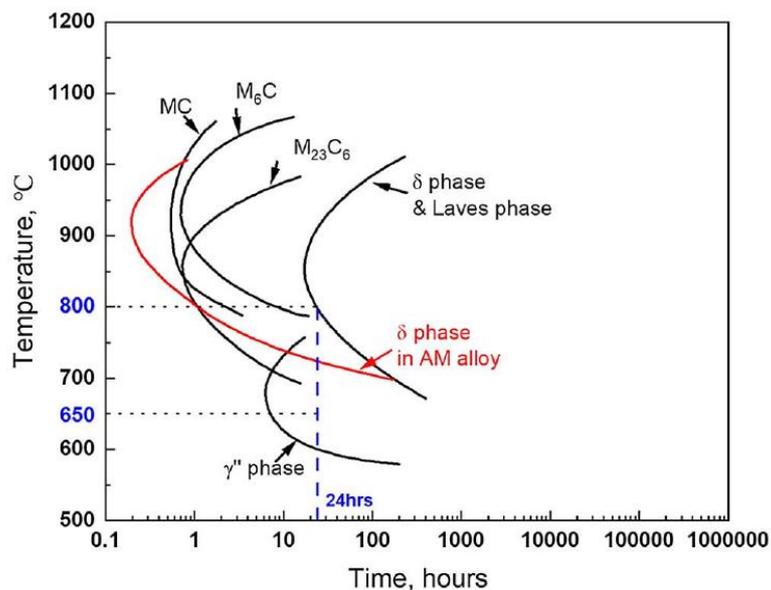
**Figure 1-2** : Structure cristallographique des phases  $\gamma$ ,  $\gamma'$  et  $\gamma''$  [7].

Suite à la microségrégation ou après traitements thermiques, les phases suivantes sont susceptibles d'apparaître :

- $\gamma'$ . De structure cristallographique cubique simple de type  $\text{L1}_2$  avec le paramètre de maille  $a = 3,59 \text{ \AA}$  (**Figure 1-2**), elles sont cohérentes avec la matrice et ont une composition chimique de type  $\text{A}_3\text{B}$  ( $\text{Ni}_3(\text{Ti,Al})$ ). La précipitation de cette phase, qui est stable, n'est généralement pas observée dans l'alliage 625, mais de faibles quantités de cette phase nanométrique sont cependant possibles.
- $\gamma''$ . De structure cristallographique quadratique centrée de type  $\text{DO}_{22}$  avec le paramètre de maille  $c = 7,40 \text{ \AA}$  très allongé par rapport à  $a = 3,59 \text{ \AA}$ . Elles sont semi-cohérentes avec la matrice  $\gamma$  ce qui détermine la forme des précipités : un disque mince de diamètre moyen de 60 nm et d'épaisseur de 5 à 15 nm. De formule chimique  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ,  $\gamma''$  est métastable et se transforme en phase  $\delta$  de même composition au cours de traitements thermiques de longue durée.

## Chapitre 1. Etat de l'art

- **Phases de Laves.** De structure cristallographique hexagonale de type C14 (ou parfois C15) et de formule générale  $(Cr,Fe,Ni)_2(Si,Ti,Nb,Mo)$ . Sa fraction augmente avec la microségrégation [8] et ne se forme pas en condition d'équilibre. Elle est néfaste pour les propriétés mécaniques (elle sert d'interface pour amorcer les fissures [6] et augmente la fissuration à chaud). Sa formation est favorisée par la présence du Fe qui augmente le partage de Nb dans la phase liquide [5], ou par les teneurs élevées de Ti [9] ou de Si. Elle peut être évitée avec des teneurs en C plus élevées, favorisant la formation des carbures [5], ou pour des vitesses de refroidissements élevées, supérieures à  $10^4$  K/s [10].
- **$\delta$ .** Cette phase ordonnée a la même formule chimique que la phase  $\gamma''$  –  $Ni_3Nb$ , en revanche la structure est orthorhombique de type DOa avec  $a = 5,14 \text{ \AA}$ ,  $b = 4,23 \text{ \AA}$  et  $c = 4,53 \text{ \AA}$ . Cette phase est la forme stable de  $\gamma''$  de même composition. Elle peut apparaître à l'état brut de solidification [11]. A haute température les carbures NbC et la phase de Laves se transforment également en  $\delta$ .  $\delta$  apparait de morphologie aciculaire (aiguilles - précipitation intragranulaire dans les plans  $\{111\}$  de la matrice  $\gamma$ ) ou globulaire (préférentiellement aux joints de grains suite à traitement thermomécanique). Cette phase est néfaste pour les propriétés mécaniques, néanmoins, en faible quantité, la phase  $\delta$  peut retarder la croissance des grains pendant le fluage. En fabrication additive l'apparition de cette phase est déplacée vers les faibles temps de traitement thermique suite à la microségrégation (**Figure 1-3**) [12].



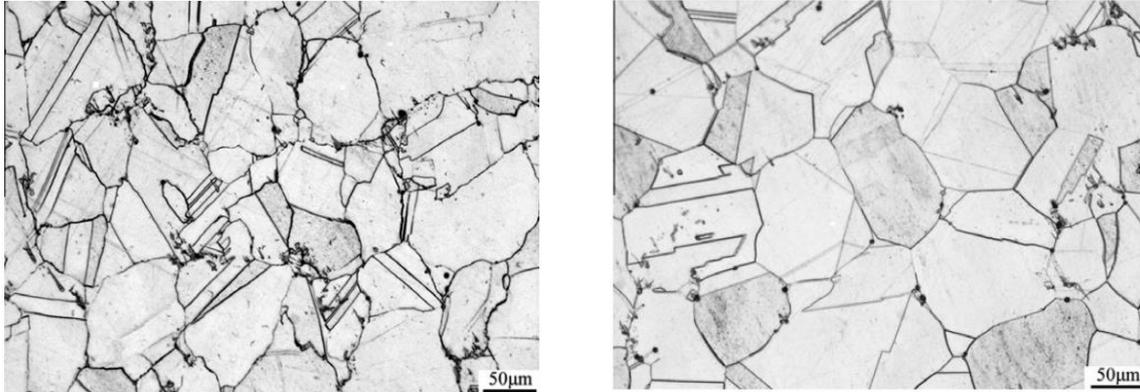
**Figure 1-3 :** Diagramme Température-Temps-Transformation (TTT) de l'alliage 625 [12].

Les **carbures** de maille cubique B1 se présentent sous deux stœchiométries :

- **MC**, notamment NbC, précipite pendant la solidification dans les espaces interdendritiques (carbure primaire), suite à la microségrégation. La morphologie des carbures est globulaire.
- **M<sub>6</sub>C**, enrichi principalement en Mo, peut se former aussi pendant la solidification, si la teneur en Si est plus élevée. Mais habituellement, les carbures M<sub>6</sub>C et M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (carbures secondaires) se forment pendant les traitements thermiques.
- **M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>**, riche en Cr, précipite dans les joints des grains. Ils peuvent retarder la croissance des grains et bloquer le mouvement des dislocations. En revanche, de fortes quantités sont néfastes pour les propriétés mécaniques.
- **Carbonitrides et alumine**, sont des inclusions typiques de l'alliage 625. Ils ont une structure cubique (B1) et peuvent former des agrégats complexes. Les inclusions sont stables jusqu'à les hautes températures et se forment dans la phase liquide. Ils caractérisent la protection inerte du bain liquide.

### 1.3. État standard de l'alliage 625

La microstructure conventionnelle de l'alliage 625 dépend du procédé de production, qui détermine la taille des grains, la propreté inclusionnaire, les phases, etc. La différence majeure est la présence de macles, notamment macles de recuit dans la microstructure. Un exemple des microstructures de l'alliage 625 conventionnel est donné sur la **Figure 1-4** [13] : à gauche la microstructure de barre forgée avec des macles de déformation ; à droite la microstructure après recuit (1200 °C 30' + trempe à l'eau).



**Figure 1-4 :** Microstructures de l'alliage 625 conventionnel [13] : a) De barre forgée avec des macles de déformation ; b) Après recuit.

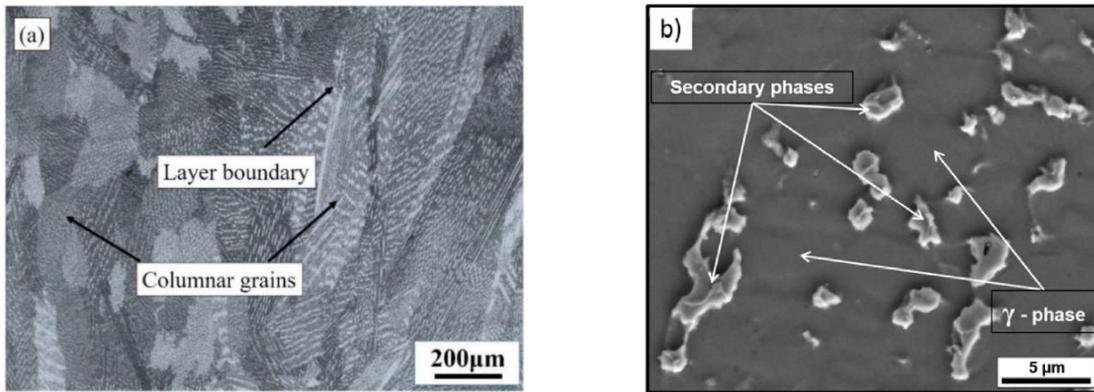
### 1.4. Solidification de l'alliage 625

Le **Tableau 1-2** reprend les coefficients de partage des principaux éléments d'addition de l'alliage 625 selon les études [5,9,14]. Une ségrégation importante est ainsi attendue au cours de la solidification de l'alliage particulièrement concernant, Nb, C et dans une moindre mesure, Mo et Si.

**Tableau 1-2 :** Coefficients de partage de l'alliage 625.

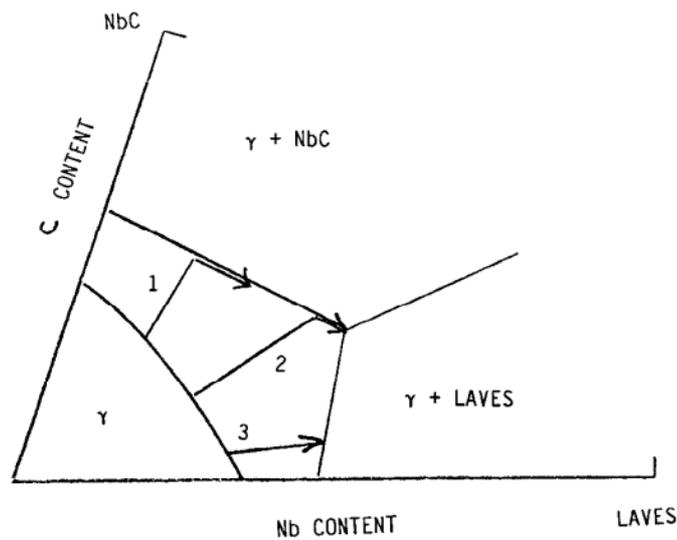
Elément	Coefficient		
	Source [5]	Source [9]	Source [14]
Ni	1,04	1,03	
Cr	1,05	1,02	
Fe	1,02	1,09	
Mo		0,85	0,77
Nb	0,46	0,50	0,27
Si	0,57		0,63
C	0,21		

Une image typique de la microstructure de solidification de l'alliage 625 en DED / poudre est présentée sur la **Figure 1-5** [14,15].



**Figure 1-5 :** a) Microstructure de solidification de l'alliage 625 en DED / Poudre [14] ; b) Précipités interdendritiques, notamment carbures NbC et Laves [15].

En condition d'équilibre, la phase primaire de solidification est la phase  $\gamma$  austénitique. Une apparition de carbure MC est possible en fin de la solidification avec une faible fraction [15]. Hors équilibre, la ségrégation de Nb, Mo et C conduit selon la teneur en C et Nb, à l'apparition de carbures éventuellement suivie de l'eutectique ternaire  $\gamma + MC + Laves$  ou pour les teneurs plus faibles en carbone a une précipitation directe de la phase de Laves (**Figure 1-6**) [5].



**Figure 1-6 :** Section du diagramme ternaire de l'alliage 625 [5].

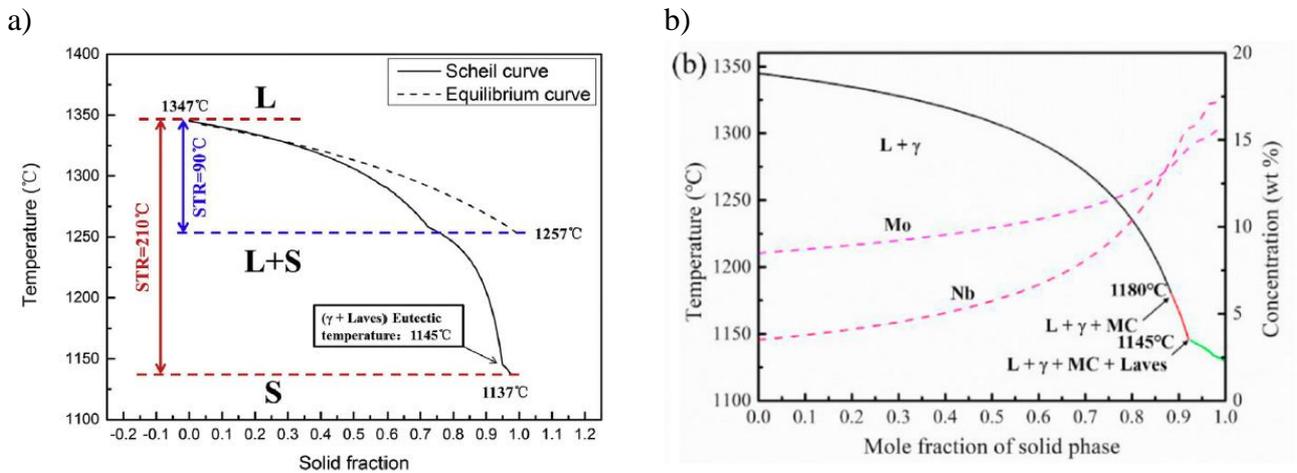
La teneur en Si joue également un rôle important sur le chemin de solidification de l'alliage 625 **Tableau 1-3** [5].

**Tableau 1-3 :** Chemin de solidification de l'alliage 625 [5].

625 (0.03 Si, 0.009 C)	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + NbC \rightarrow L + \gamma + NbC + Laves \rightarrow \gamma + NbC + Laves$
625 (0.03 Si, 0.038 C)	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + NbC \rightarrow \gamma + NbC$
625 (0.38 Si, 0.008 C)	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + NbC \rightarrow L + \gamma + NbC + M_6C \rightarrow L + \gamma + NbC + M_6C + Laves \rightarrow \gamma + NbC + M_6C + Laves$
625 (0.46 Si, 0.035 C)	$L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + NbC \rightarrow L + \gamma + NbC + Laves \rightarrow \gamma + NbC + Laves$

La présence d'inclusions de TiN peut modifier le chemin de solidification, celles-ci servant de sites de germination pour le carbure (NbTi)C [4].

L'intervalle de solidification de l'alliage 625 selon Scheil égal à 210 °C selon [9] (Figure 1-7), 243 °C [5], 222 °C selon [14]. A l'équilibre il est égal à 97 °C [5], 90 °C [9], 100 °C [15]. Par ATD les valeurs suivantes ont été obtenues : 88, 84 et 90 °C [10].



**Figure 1-7 :** Solidification de l'alliage 625 : a) Source [10] ; b) Source [14].

L'influence de la composition sur l'intervalle de solidification de l'alliage 625 a été étudiée dans le travail [16]. Il ressort une forte sensibilité aux interstitiels : une augmentation de la teneur en carbone de 0,01 à 0,06 %, fait augmenter l'intervalle de solidification de 40 °C. L'influence du bore est encore plus marquée sur l'intervalle de solidification, car cet élément ségrège fortement dans les joints des grains [17]. L'influence de la teneur de Ti sur la solidification a été étudiée dans le travail [9]. On observe que l'augmentation de la teneur de Ti jusqu'à 5 wt.% fait diminuer l'intervalle de solidification de 210 °C à 149 °C, en diminuant surtout la température de liquidus de l'alliage et favorisant la formation de la phase eutectique ( $\gamma + \text{Laves}$ ).

### 1.5. Traitements thermiques de l'alliage 625 solidifié

Les carbures MC et carbonitrides M(CN) formés dans les réactions de fin de solidification [18], peuvent être transformés en  $M_6C$  suite à traitement thermique entre 815 et 980 °C et en  $M_{23}C_6$  pour des températures comprises entre 760 et 980 °C [19].

En plus des carbures intergranulaires, des précipités de phases  $\delta$  ( $Ni_3Nb$  stable) et  $\gamma''$  ( $Ni_3Nb$  métastable) sont observés après un vieillissement long à des températures comprises entre 650 et 820 °C [5]. La phase  $\delta$  précipite principalement sous forme d'aiguilles, à proximité des zones riches en Nb et souvent caractérisées par une quantité importante de carbure NbC primaire. Les aiguilles de  $\delta-Ni_3Nb$  semblent se développer à partir de précipités de NbC partiellement dissous et de la diffusion ultérieure de Nb le long de l'interface  $\gamma/NbC$ . La précipitation de  $\gamma''$  est généralement hétérogène et se produit préférentiellement sur les dislocations et sur les joints maclés [20].

### Recristallisation

D'après [5] la recristallisation statique d'une éprouvette déformée d'alliage 625 est observée entre 900 et 980 °C. La recristallisation statique et la précipitation secondaire des carbures interfèrent car elles se produisent dans la même plage de température et sont intercorrélées. Pour des temps de recuit court, une augmentation significative de taille de grain n'est observée qu'à partir de températures supérieures à 1050°C. Pour des temps plus longs (supérieur à 2h), le grossissement de grain est observé à partir de 940°C. D'après [21] la recristallisation est pratiquement complète à toute déformation réelle pour des températures supérieures à 1175 °C, les carbures sont remis en solution et la mobilité des joints de grains augmente.

## Vieillessement

Dans l'alliage 625 suite au traitement thermique de mise en solution et vieillissement il y a précipitation de la phase  $\gamma''$  qui demande un temps de traitement important (plusieurs centaines d'heures) pour obtenir une fraction significative : pour cela l'alliage 625 est utilisé normalement à l'état brut de solidification [5].

## 2. Solidification – Concepts

### 2.1. Croissance contrainte ou colonnaire

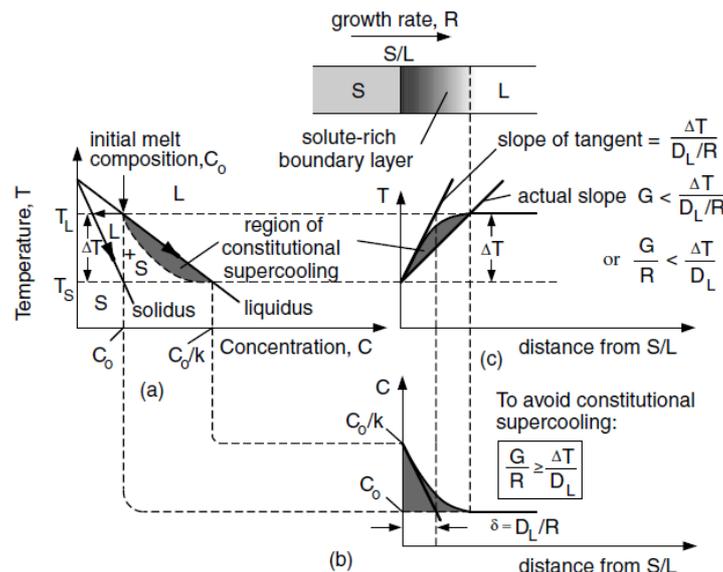
En présence d'un gradient de température à l'interface solide liquide, l'évacuation de la chaleur latente de solidification se fait de façon préférentielle à travers le solide formé. La croissance du solide est alors « contrainte » par l'avancée des isothermes et la solidification se fait de manière orientée donnant lieu à des structures « colonnaires ». La vitesse de progression des isothermes impose la vitesse de croissance du solide et une surfusion donnée.

On observe généralement une relation entre la vitesse de croissance du solide  $V$  et la surfusion de type :

$$V = A (T_L - T_p)^n \quad (1)$$

Avec  $A$  une constante dépendant du coefficient de diffusion du soluté dans le liquide, du coefficient de partage, du coefficient de Gibbs-Thomson et de la pente du liquidus.

Selon la valeur du gradient dans le liquide à l'interface, celle-ci peut être plane ou se déstabilise et donne lieu à une solidification de type cellulaire ou dendritique. Les conditions de croissance se rendant compte de la déstabilisation du front plan peuvent être reliées à la notion de surfusion constitutionnelle (**Figure 1-8**) [22]. La couche limite de soluté établie en avant d'un front plan solide / liquide crée une zone où la température de liquidus locale peut -selon le gradient thermique- être supérieure à la température actuelle. Cette zone est alors en « surfusion constitutionnelle » et favorise la formation de protubérances à l'interface solide / liquide qui selon le gradient de température et la vitesse de solidification donne naissance aux morphologies cellulaire ou dendritique.



**Figure 1-8 :** Surfusion constitutionnelle : a) Diagramme de phase ; b) Profil de composition dans la liquide ; c) Profil de température dans la liquide [22].

La limite de surfusion constitutionnelle, pour avoir la croissance plane, peut être exprimée par [22] :

$$\frac{G}{R} \geq \frac{\Delta T}{D_L} \quad (2)$$

## Chapitre 1. Etat de l'art

Avec  $G$  : gradient thermique,  $R$  : vitesse de l'interface solide / liquide,  $\Delta T$  : intervalle de solidification et  $D_L$  : coefficient de diffusion dans le liquide.

Si cette limite n'est plus respectée, l'interface S / L devient instable et forme des protubérances.

La microstructure de solidification colonnaire peut être caractérisée par les espacements dendritiques : primaires (PDAS) –  $\lambda_1$  et secondaires (SDAS) –  $\lambda_2$ . Il existe des corrélations empiriques entre l'espacement dendritique primaire et le gradient de température –  $G$  et la vitesse d'interface S / L –  $R$ . Un exemple des corrélations de Hunt (Eq.3) et Kurz-Fisher (Eq.4) pour les alliages base Ni est donné par [23] :

$$\lambda_1 = 40,0G^{-0,5}R^{-0,25} \quad (3)$$

$$\lambda_1 = 87,7G^{-0,5}R^{-0,25} \quad (4)$$

L'effet de la vitesse de refroidissement ( $GR$ ) a l'influence sur le temps local de solidification : plus la vitesse de refroidissement est grande, plus le temps local de solidification sera faible. La structure devient plus fine : l'espacement dendritique ou intercellulaire diminue. Le lien peut être exprimé sous la forme [22] :

$$\lambda_2 = at_f^n = b(\varepsilon)^{-n} \quad (5)$$

où  $t_f$  est le temps local de solidification,  $\varepsilon$  est la vitesse de refroidissement,  $a$  et  $b$  sont les constantes proportionnelles.

Un temps local de solidification long donne lieu à l'effet de maturation des bras secondaires, afin de minimiser leur énergie surfacique totale [22].

### Croissance équiaxe :

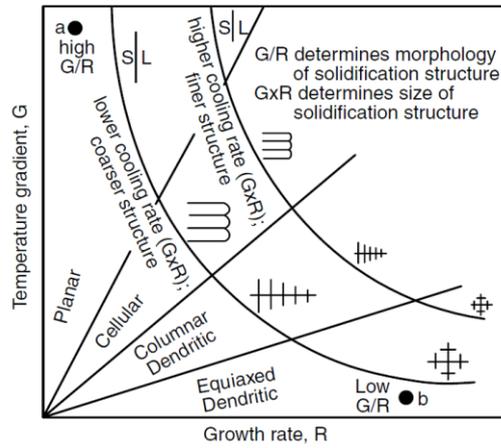
La croissance de cristaux équiaxe nécessite une zone où le liquide se trouve en surfusion à l'intérieure de laquelle des germes cristallins sont susceptibles de croître. En coulée en moule, les zones en surfusion sont situées en proche paroi du moule, en raison du refroidissement intense du liquide contre la paroi, puis en cœur de lingot, une fois que la surchauffe initiale du liquide a été évacuée [24].

Les germes cristallins peuvent être issus de plusieurs mécanismes : germination hétérogène, à partir d'impuretés ou d'inoculants ajoutés sciemment, transports de germes formés en proche paroi du moule ou au contact du moule et détachés par la convection, ou encore fragmentation du tissu dendritique associé à une perturbation locale du champ thermique, une décélération du front colonnaire, mécanismes pouvant bien sûr être couplés avec la convection locale.

Selon les conditions de croissance locale, la croissance équiaxe se fait avec une morphologie globulaire ou dendritique. Une faible surfusion et une convection faible ont tendance à favoriser la croissance globulaire.

### Transition colonnaire équiaxe :

L'effet du gradient de la température et la vitesse d'interface S / L sur la microstructure de solidification est résumée sur la **Figure 1-9** [22]. Gradient ( $G$ ) et vitesse ( $R$ ) déterminent la microstructure de solidification. Le ratio  $G/R$  détermine le mode de solidification (plan/cellulaire/dendritique/équiaxe), en revanche le produit  $GR$  contrôle la taille de la structure.



**Figure 1-9 :** Diagramme G-R [22].

Lorsque le gradient thermique en avant du front de solidification diminue, la croissance colonnaire a tendance à diminuer et le liquide rentrant en surfusion, une compétition de croissance entre structure colonnaire et équiaxe peut s'installer. Hunt [25] a ainsi développé un modèle comparant la croissance du front colonnaire sur la distance définie par la surfusion en pointe de dendrites  $\Delta T^{col}$  et la croissance d'une densité de germes donnée activée à partir d'une surfusion de germination unique  $\Delta T^{germ}$ : si la fraction volumique de grains équiaxes dépasse une limite « géométrique » pendant le temps de croissance colonnaire alors un blocage « mécanique » du front colonnaire est instauré. Il définit ainsi le critère de Hunt : si le gradient thermique est inférieur à :

$$G < 0,617N_v^{1/3} \left[ 1 - \left( \frac{\Delta T^{germ}}{\Delta T^{col}} \right)^3 \right] \Delta T^{col} \quad (6)$$

alors la structure est formée uniquement de grains équiaxes.

## 2.2. Microségrégation

La croissance cellulaire et dendritique rencontrées dans les gammes de vitesses de solidification utilisées en élaboration additive s'accompagne, compte tenu des coefficients de partage et des cinétiques de diffusion limitées des éléments d'addition, d'un phénomène de microségrégation.

Suivant les conditions locales et la nature du soluté, on peut décrire en 4 grandes familles d'hypothèses l'établissement de la solidification locale et de la microségrégation associée [22].

### 2.2.1. Équilibre à l'interface S / L – Diffusion complète dans le solide et liquide (Cas N°1)

Dans ce cas, la solidification s'effectue à l'équilibre. A chaque instant la fraction de liquide  $f_L$  est donnée par la règle des bras de levier :

$$f_L = \frac{C_0 - C_S}{C_L - C_S}; \quad (7)$$

Et la composition du liquide est donnée par :

$$C_L = \frac{C_0}{f_L + k(1 - f_L)} \quad (8)$$

### 2.2.2. Diffusion complète dans le liquide et nulle dans le solide (Cas N°2)

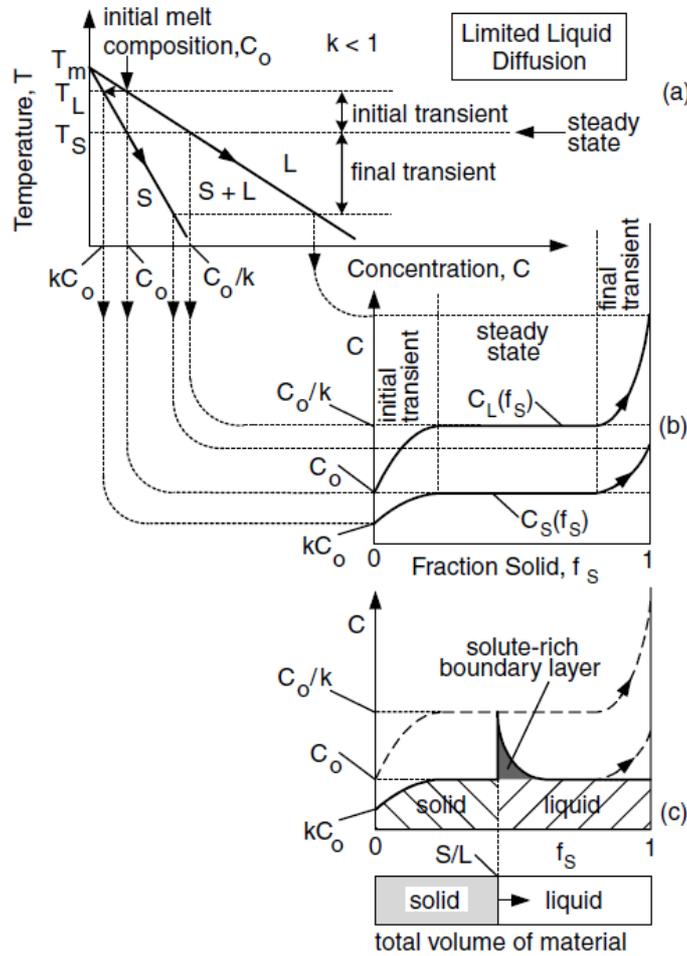
Dans ce cas, la phase liquide est uniforme en composition et la diffusion dans le solide est négligeable conduisant à une importante ségrégation. L'équilibre est local (microscopique, interfacial) à l'interface S / L, le solide ne peut pas s'homogénéiser au fur et à mesure de la solidification (il n'y a pas de rétrodiffusion dans le solide) et le soluté est rejeté dans la phase liquide. Ces hypothèses conduisent au

modèle de Scheil pour lequel la fraction liquide suit la loi suivante avec  $m_L$  la pente du liquidus et  $k$  le coefficient de partage :

$$f_L = \left( \frac{(-m_L)C_0}{T_m - T} \right)^{\frac{1}{1-k}} \quad (9)$$

**2.2.3. Diffusion limitée dans le liquide et pas de diffusion dans le solide (Cas N°3)**

Dans ce cas, la convection dans le liquide est négligeable et il y a formation d'une couche limite de diffusion riche en soluté en avant de l'interface S / L. L'équilibre à l'interface est respecté comme pour le cas N°2. On distingue alors trois étapes de solidification : transitoire initiale (augmentation rapide de  $C_L$  et  $C_S$  suite à la formation de la couche limite), permanent (les compositions ne changent pas et  $C_S = C_0$ , comme la couche limite aussi), transitoire finale (augmentation très rapide de  $C_L$  et  $C_S$  suite à la disparition de la couche limite) (Figure 1-10).



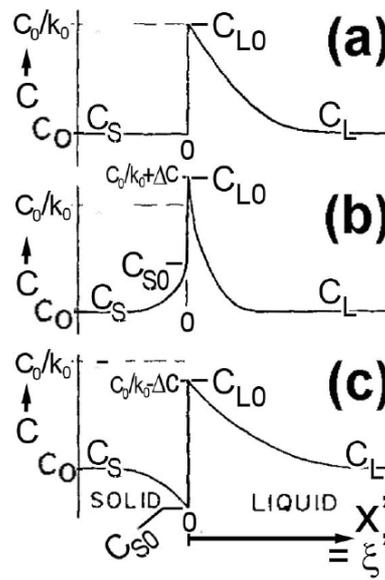
**Figure 1-10 :** Redistributon de soluté dans le cas de formation d'une couche limite de diffusion dans la phase liquide [22].

La longueur caractéristique de la couche limite (la distance du transitoire finale) est égale à  $D_L/R$ , où  $R$  est la vitesse de l'interface S / L. La diffusion diminue la concentration du soluté dans le volume donné, en même temps la vitesse d'interface augmente la concentration.

Pour estimer l'épaisseur du gradient de concentration  $\xi_{CG}$  la formule suivante peut être utilisée [26]:

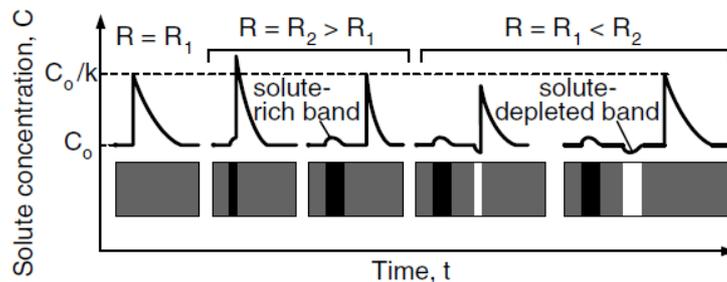
$$\xi_{CG} = 5D/R \quad (10)$$

Un cas particulier concerne l'accélération ou décélération de l'interface S / L. L'accélération de l'interface provoque une forte réduction de l'épaisseur de la couche de diffusion accompagnée d'une augmentation de la concentration du soluté, comme le montre la **Figure 1-11** [26]. Une décélération de l'interface donne l'inverse.



**Figure 1-11 :** Redistribution de soluté avec le changement de vitesse d'interface : a) Vitesse constante ; b) Accélération ; c) Freinage [26].

Un exemple pratique des fluctuations de la vitesse d'interface, suite aux fluctuations thermiques, est la formation des bandes de solidification **Figure 1-12** [22].



**Figure 1-12 :** Formation des bandes de solidification pendant le changement de vitesse d'interface [22].

En pratique, cela peut apparaître suite au flux instable du métal liquide, conduisant à la formation de bandes ségréguées. Quand le flux qui transporte la chaleur de la source augmente localement devant l'interface S / L, la croissance est freinée et vice versa.

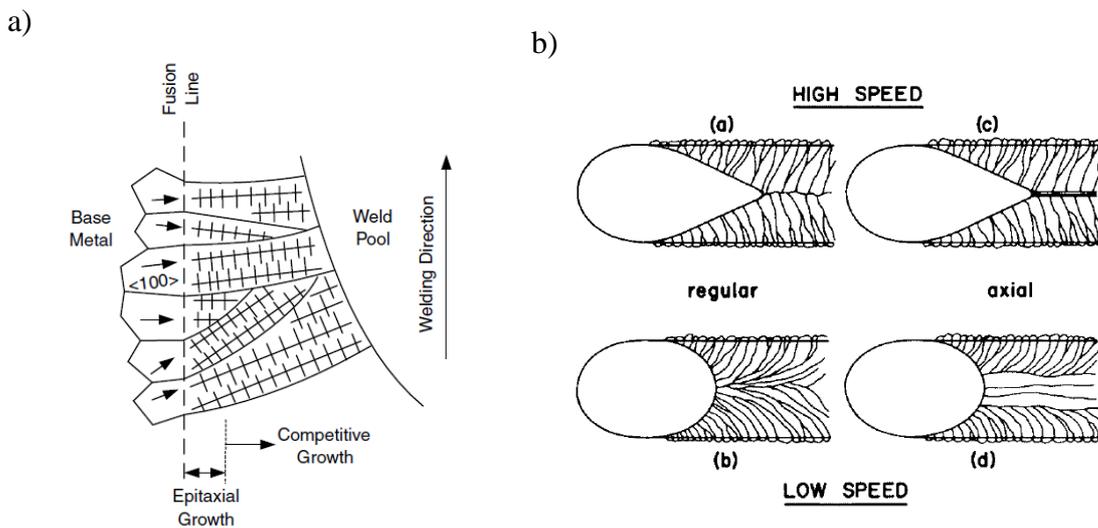
#### 2.2.4. Perte d'équilibre à l'interface (Cas N°4)

Lorsque la vitesse de solidification augmente, il peut y avoir perte d'équilibre local à l'interface. Dans ces conditions, il peut y avoir piégeage de soluté. On parle alors de solidification en conditions extrêmes ou solidification rapide. Ce cas N°4 n'est pas abordé dans cette partie car les conditions locales de solidifications rencontrées dans les procédés mis en œuvre dans le cadre de cette thèse sont largement en-dessous des valeurs critiques pour lesquelles la perte d'équilibre est atteinte.

### 3. Etablissement des structures dans la fabrication additive métal

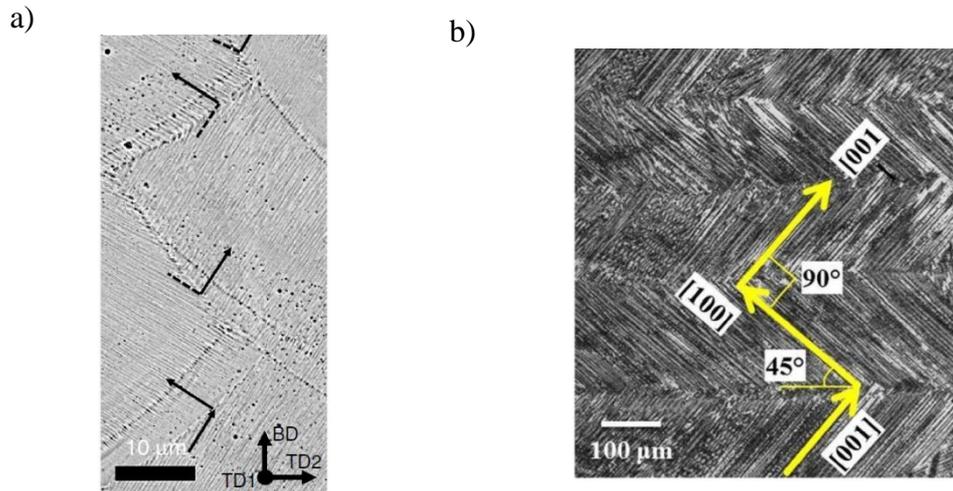
#### 3.1. Croissance épitaxiale des grains

La microstructure et la texture cristallographique dans la FA sont déterminée par la fusion et la solidification [27]. Le bain liquide dans la FA est limité par le métal de base, qui a une composition proche de celle du métal liquide. Dans ce cas la nucléation de la nouvelle phase est absente, la structure cristallographique est la même entre métal de base et métal liquide : la croissance est épitaxiale, avec conservation de l'orientation du substrat dans le bain solidifié au moins aux premiers instants. Plus loin de l'interface de fusion, la microstructure est dominée par le mécanisme de compétition des grains. Les grains, avec l'orientation  $\langle 100 \rangle$  des dendrites qui est la plus proche de la direction d'extraction de la chaleur, sont sélectionnés pendant l'étape de croissance compétitive (**Figure 1-13 a**) [22]. Pour les faibles vitesses de balayage de la source favorisant l'arrière circulaire du bain, les grains peuvent se courber pour suivre le changement du gradient thermique local dans le bain liquide. Autrement, pour les hautes vitesses les grains conservent leur orientation jusqu'à la ligne centrale (transitoire final) (**Figure 13 b**) [22].



**Figure 1-13 :** a) Croissance épitaxiale et compétition des grains ; b) Influence de la vitesse sur la croissance des grains [22].

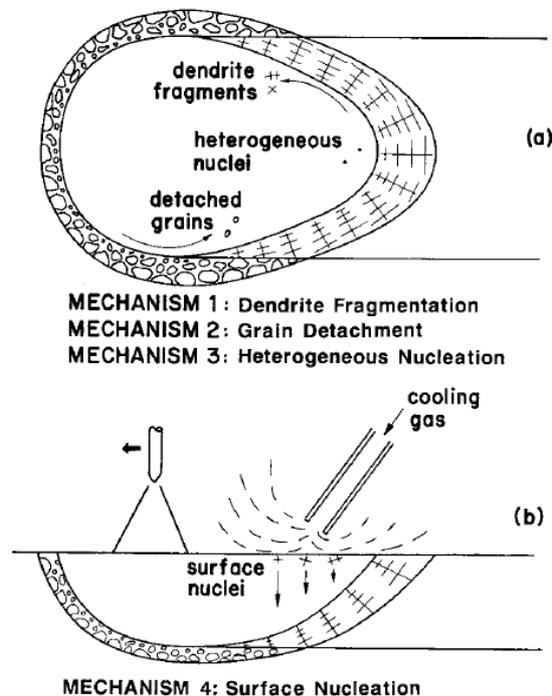
La **Figure 1-14** montre un exemple des directions préférentielles du type  $\langle 100 \rangle$  suivant le gradient, où l'on voit la permutation d'un bain au suivant, de la croissance des bras primaires laissant place dans le bain suivant à la croissance des bras secondaires à  $90^\circ$  des premiers [28,29].



**Figure 1-14 :** Croissance épitaxiale avec l'alternance des bras primaires et secondaires à travers les interfaces entre les couches déposées dans la FA : a) Lit de poudre [29] ; b) Procédé DED [28].

### 3.2. Croissance équiaxe

De nombreuses études se rendent compte des zones de grains équiaxes venant interrompre la croissance colonnaire en élaboration additive pour lesquels plusieurs mécanismes de germination sont envisagés : la fragmentation des dendrites, le détachement des grains, la germination hétérogène et la germination à la surface du bain comme le montre la **Figure 1-15** [22]. Les mécanismes sont bien sur modifiés en présence de convection. La surface du bain liquide est en surfusion suite au contact avec l'atmosphère et le gaz de protection donnant lieu à des germes de surface qui peuvent sédimenter en profondeur du bain liquide, selon leur masse volumique.



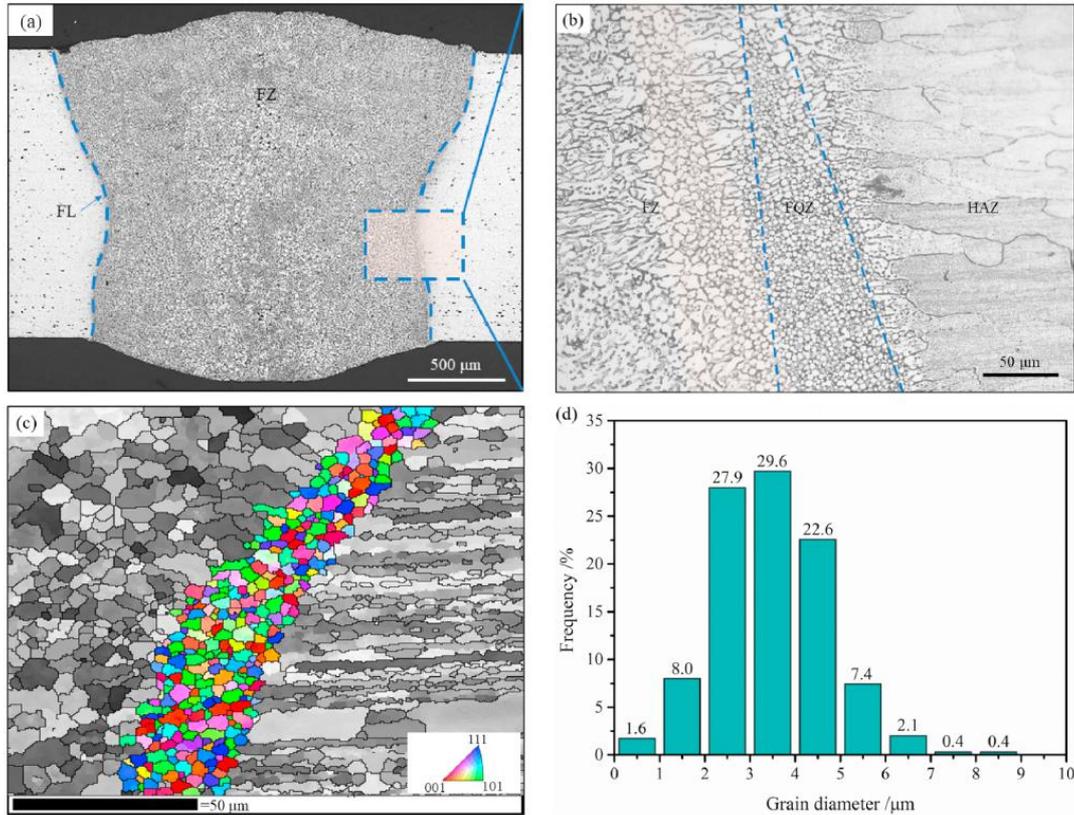
**Figure 1-15 :** Mécanismes de germination dans le cas de soudage [22].

Différentes études détaillent plus les mécanismes et les origines possibles de grains équiaxes sont proposées dans la littérature.

#### i) Germination en fond de bain assistée par précipités de la matrice

## Chapitre 1. Etat de l'art

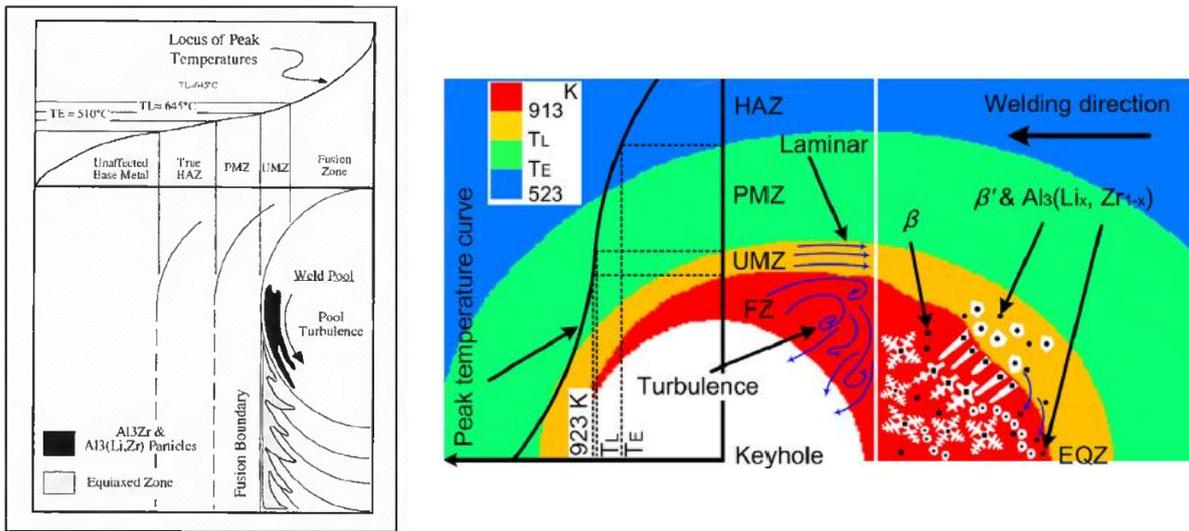
La germination hétérogène est également observée dans le dépôt en zone d'interface entre le métal de base et le métal à déposer dans les alliages par exemple, d'aluminium (**Figure 1-16**) [30]. Dans leur étude, les auteurs montrent que l'épaisseur de cette zone augmente avec les teneurs en Zr et Li de l'alliage. Ces zones sont composés des grains sphériques, de taille des grains entre 3 et 6  $\mu\text{m}$ . La morphologie est non-dendritique et ne peut pas être expliquée par la théorie classique de la surfusion constitutionnelle.



**Figure 1-16 :** Formation de la zone équiaxe dans les alliages d'aluminium [30].

Les auteurs montrent que l'épaisseur de la zone équiaxe varie entre 5 et 100  $\mu\text{m}$  et que la thermique et une vitesse d'écoulement minimale dans le bain liquide l'augmente. L'épaisseur de la zone équiaxe (EQZ) augmente linéairement avec la quantité d'énergie d'apportée. La taille des grains moyenne augmente aussi d'une façon linéaire [30,31].

L'hypothèse proposée dans le travail [30], se base sur la germination hétérogène dans une couche limite stagnante près de l'interface du bain liquide (Un Mixed Zone) où le gradient thermique est faible et la turbulence de l'écoulement n'arrive pas à homogénéiser une petite couche fine transitoire (**Figure 1-17**). Un gradient thermique très faible existe dans cette couche limite où l'écoulement est laminaire [32]. Dans cette zone les précipités  $\text{Al}_3\text{Zr}$  et  $\text{Al}_3(\text{LiZr}_{1-x})$ , présents initialement comme phases dispersoïdes dans le métal de base, survivent et forme les nombreux germes présents. A l'appui, un traitement thermique du métal de base à des températures supérieures à 630-640  $^\circ\text{C}$ , mettant en solution ces phases conduit à la disparition de cette zone au cours du dépôt [33].



**Figure 1-17 :** Mécanisme de formation de la zone équiaxe dans les alliages d'aluminium [30,32].

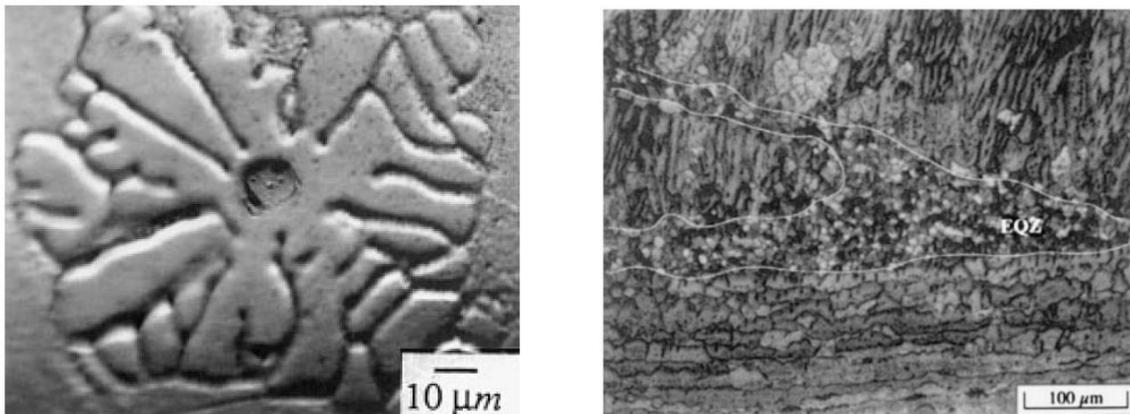
Dans le travail récent [34] sur le soudage laser d'un alliage Al-Li, deux types de grains équiaxes ont été identifiés : grains équiaxes dendritiques dans la partie haute du bain liquide et non-dendritiques dans la partie basse du bain liquide. Pour les auteurs, les grains équiaxes non-dendritiques et quelques gros grains dendritiques équiaxes se forment par fragmentation des grains pendant l'écoulement dans le bain liquide. Les grains équiaxes non-dendritiques près de l'interface du bain liquide qui se forment au début de solidification peuvent être ramenés dans le bain et être les germes pour les grains équiaxes non-dendritiques plus loin dans le bain liquide. [35].

### ii) Germination assistée ISRO

Plusieurs travaux ont mis en avant la possibilité de germination assistée par l'ISRO (Icosahedral Short Range Order) [36–38] en élaboration additive : la symétrie pentagonale a été trouvée récemment pendant la solidification dans le procédé Laser/Fil d'un alliage 718 [37], pendant la solidification dans le cas de lit de poudre de Ni pur [39] et les autres types des matériaux métalliques [36], [44], fabriqués par FA. Dans ce cas, il est supposé que l'établissement d'ordre icosahédrique à courte distance par la formation de clusters dans le métal liquide en surfusion donne lieu à la nucléation de grains équiaxes. La phase à l'origine du phénomène de nucléation avec une symétrie pentagonale n'a pas été trouvée jusqu'à présent et semble être métastable dans la nature [39].

### iii) Croissance sur inoculant

De nombreux travaux relatent le contrôle de la morphologie des grains par inoculation [40–43], en essayant de déterminer la nature des sites de germination (exemple avec une inclusion de TiN au centre d'un grain équiaxe, acier inoxydable, déposé par GTAW (**Figure 1-18**) [41]).

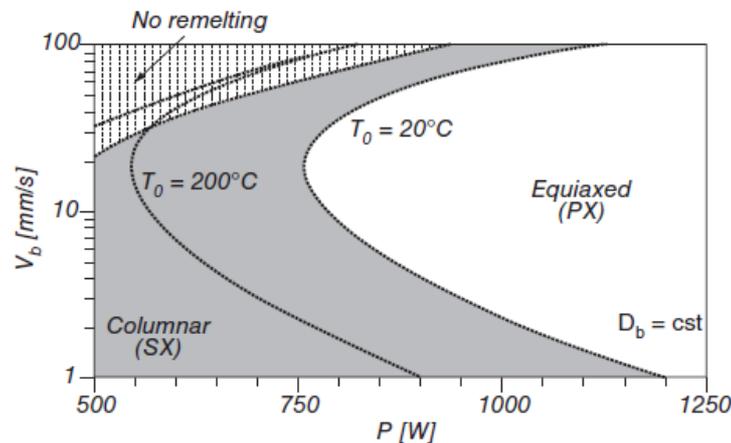


**Figure 1-18 :** Germination par inoculation [41].

#### 4. Contrôle de l'établissement de la microstructure

La structure de solidification est principalement déterminée par les paramètres clés gradient de température –  $G$ , vitesse d'interface  $S/L$  –  $R$ , et surfusion –  $\Delta T$ , et des efforts visant à corréliser les paramètres du dépôt avec ces paramètres clés contribuent à la compréhension des relations entre le procédé de FA et la structure [27]. Des cartes de sélection de la microstructure ont été établies, basées sur les modèles existants de transition colonnaire équiaxe TCE (**Figure 1-19**) [45]. De ces études, on peut retenir au premier ordre :

- Une trop faible quantité de chaleur apportée provoque un manque de fusion.
- A faible puissance, la vitesse n'a que peu d'effet car le gradient thermique reste toujours élevé et la surfusion est faible favorisant les structures colonnaires.
- A plus forte puissance, l'augmentation de la vitesse de scan favorise la structure colonnaire, en augmentant le gradient thermique. Cet effet est moins marqué dans le procédé arc, qui possède une puissance plus faible [46]. Les cordons de soudure du procédé arc possèdent donc plus de grains équiaxes que les procédé laser ou le faisceau d'électrons [47].
- Le préchauffage du substrat de 20 à 200 °C réduit le gradient thermique et favorise également la TCE [45].

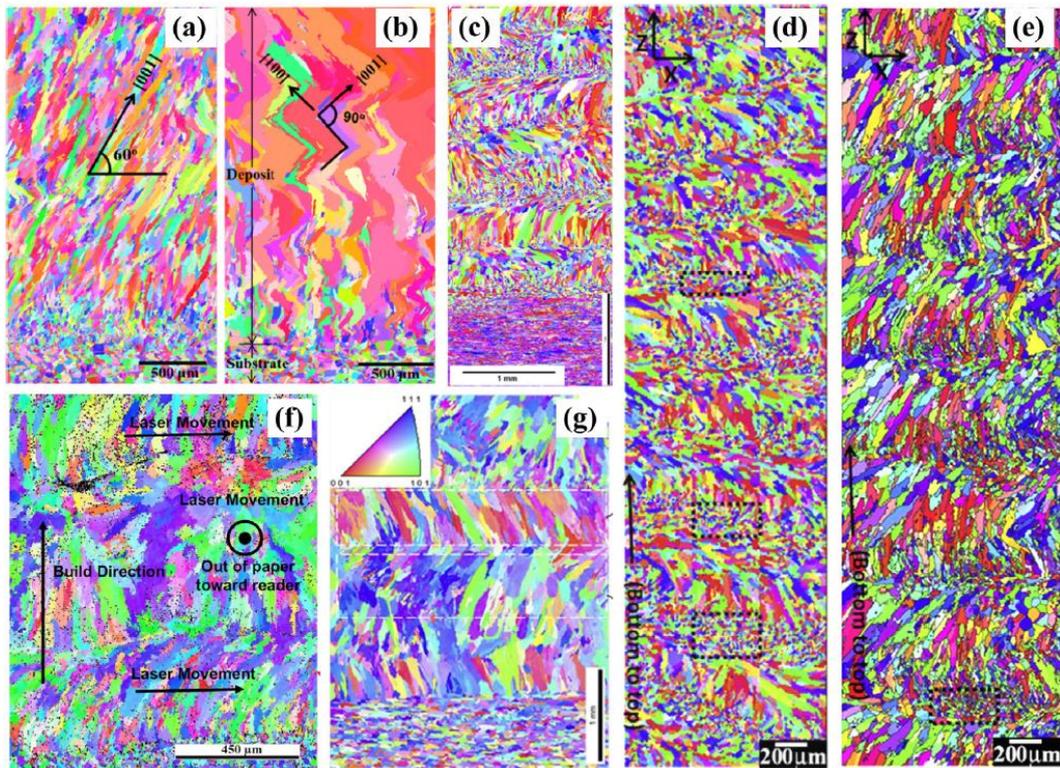


**Figure 1-19** : Exemple de la carte de sélection de la microstructure [45].

Pratiquement, de nombreuses approches pour contrôler les microstructures sont possibles et ont été utilisées dans le cadre de notre travail :

##### 4.1. Stratégie de dépôt

La stratégie de dépôt : aller simple, aller-retour, zig-zag permettent de changer la texture et alterner la direction de la croissance : les transitions colonnaire-équiaxe sont ainsi possibles en haut et en bas du bain et permettent de diminuer la texture de solidification et avoir des propriétés plus isotropes. La **Figure 1-20** résume ces différents aspects [27].



**Figure 1-20 :** Influence de la stratégie de dépôt sur la microstructure dans la FA : l’Inconel 718 stratégie en aller simple dans le cas de l’Inconel 718 (a, d) ; stratégie en aller-retour dans le cas de l’Inconel 718 (b, e) ; stratégie mixte dans le cas d’alliage Cu-38Ni (c) ; stratégie en aller simple avec la rotation de 90° entre les couches déposées dans le cas de l’acier inoxydable 316L (f) ; stratégie en aller-retour dans le cas de l’alliage Al 4047 [27].

Suite à la déposition couche par couche, on observe l’affinement de la microstructure dendritique à l’interface, mais aussi le phénomène de ségrégation. Dans le cas des alliages de Ti entre deux couches successives, il existe une transition particulière avec une bande appauvrie en éléments d’alliage [48], [49].

#### 4.2. Oscillations de la source de chaleur

De nombreuses études reposent sur ce moyen de contrôle de l’énergie déposée conduisant à des modifications macro et microstructurales, sur acier [50], Inconel [51,52], aluminium [53], titane [54], tantale [55] ou magnésium. Selon les études, elle peut être réalisée par l’oscillation magnétique de l’arc électrique, l’oscillation d’arc suite à une stratégie de déposition complexe ou par la vibration mécanique de la torche. Des techniques de pilotage similaire sont étudiées en FA Laser [56]. En synthèse il ressort que l’oscillation de la source de chaleur :

- Augmente la convection et la taille du bain liquide ;
- Diminue le gradient thermique, et les surchauffes locales ;
- Peut provoquer des refusions locale.

Ces modifications conduisent alors à un agrandissement de la zone pâteuse modifiant également sa perméabilité : la fragmentation des bras de dendrites est ainsi favorisée, ainsi que la germination en surface, augmentant le nombre de germes se retrouvant dans un liquide moins surchauffé qui voient leur probabilité de survie augmenter, conduisant globalement à l’apparition et / ou augmentation des zones équiaxes et diminution de la taille de grains.

Certaines études [22], [57] montrent au contraire qu’un choix particulier des paramètres d’oscillation (fréquence), se traduisant par une modification de la forme du bain (par exemple suite à l’augmentation de la vitesse latérale du liquide ) pouvant conduire à augmenter localement les gradients thermiques et les vitesses de refroidissement, avec une diminution de l’espacement interdendritique.

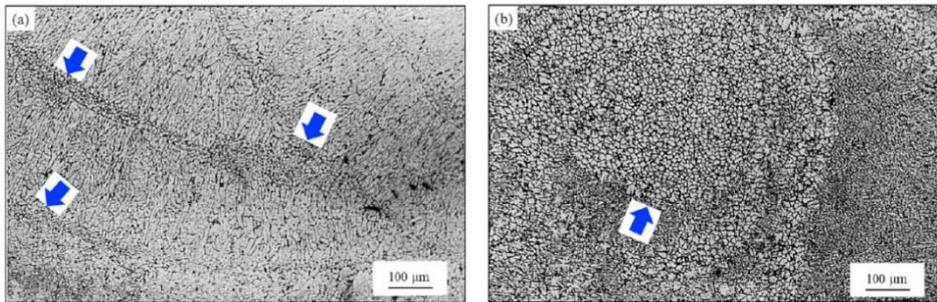
Les auteurs [51,52] ont montré par simulation numérique que les oscillations de la source se traduisaient par une oscillations de la vitesse d'interface S / L (fusion / solidification) à l'arrière du bain liquide provoquant la fragmentation des dendrites et une zone en avant de l'interface S / L avec un gradient plus faible. La refusion s'accompagne du mouvement latéral du liquide avec une composante de cisaillement contribuant également à la fragmentation [58] et favorise une morphologie planaire et croissance de type globulaire fréquemment observée (structures en rosettes [59]).

### 4.3. Pulsations de la source

L'apport de chaleur peut être également contrôlé par la pulsations de la source et a été étudiée sur Ta, Al, Ti, Mg, Ni, inox [51,52]. Les pulsations de la source permettent de :

- Modifier la convection dans le bain liquide ;
- Modifier la thermique globale du bain ;
- Faire apparaître localement des régimes de solidification rapide alternée de solidification lente associée à une augmentation périodique de la taille de la zone pâteuse et des microstructures [60].

Il s'ensuit l'apparition de bandes de solidification à structure plus grossière et/ou de zones équiaxes dans la zone de refusion, ainsi qu'au centre même du bain liquide (**Figure 1-21**) [61].



**Figure 1-21 :** Formation des transitions colonnaire/équiaxe dans les bandes de solidification à l'intérieur d'un cordon déposé [61].

En terme de mécanisme, il est proposé que les structures fragmentées pendant le ralentissement de la solidification peuvent conduire à l'ensemencement de liquide en germes qui se retrouveront figés pendant l'étape de solidification rapide suivante [51,52].

La durée et la fréquence des pulsations doivent bien sûr être adaptées à l'établissement de la thermique locale, ce qui complexifie encore les analyses et les optimisations et il est également possible en contrôlant les pulsations de diminuer l'apport de chaleur, ce qui peut réduire la taille du bain, et augmenter le gradient thermique [51,52].

### 4.4. Vitesse du scan

L'augmentation de la vitesse de balayage se traduit par :

- Une diminution de l'énergie linéique déposée ;
- Une diminution de la taille du bain liquide ;
- Une augmentation du gradient thermique.

Conduisant à :

- Une augmentation de la surfusion ;
- Une dominance de la germination sur la croissance ;
- Une augmentation de la taille de zone en surfusion en haut du bain liquide [51,52] ;
- Une diminution de la taille de zone en surfusion en bas du bain liquide [51,52] ;
- Une diminution des zones équiaxes et de la taille des grains associés [51,52] ;
- Une diminution de la taille des microstructures et de l'intensité de la microségrégation [62].

## 4.5. Préchauffage

Le préchauffage du substrat conduit à une augmentation de la taille du bain liquide, réduit les gradients thermiques dans le bain [62] et la vitesse de refroidissement.

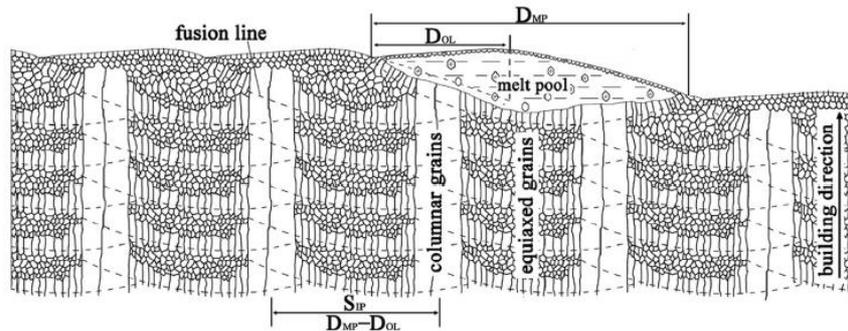
De façon similaire, en simulation numérique, [63] montre que le refroidissement actif en pied de substrat réduit la taille du bain liquide, augmente le gradient thermique, le gradient de concentration et l'intensité de la convection dans le bain. La ségrégation dans le bain diminue, en même temps que la surfusion augmente ainsi que la probabilité de germination, conduisant à une microstructure équiaxe fine en bas du bain solidifié.

Un autre moyen de diminuer le gradient thermique dans le bain liquide consiste dans le préchauffage du fil [64,65] qui permet de réduire la quantité de chaleur apportée dans le bain liquide, d'affiner les grains, d'obtenir une microstructure équiaxe isotrope avec une augmentation de la productivité (en terme de hauteur du mur, car chaque couche déposée est plus épaisse) et de la qualité dans le procédé HWAAM du dépôt de TA6V, tout en gardant les bonnes propriétés mécaniques. Une structure mixte colonnaire/équiaxe peut également être obtenue dans le procédé laser avec fil préchauffé de 718 [62].

## 4.6. Apport du fil ou de la poudre

Pour avoir des hautes vitesses de dépôt, la vitesse d'apport du fil doit être importante associée à une taille de bain également importante. [66] ont montré pour TA6V qu'entre 7, 14 et 22 mm de largeur de bain, le gradient thermique passe par un minimum pour 14 mm, associé dans ce cas à une structure équiaxe (colonnaire pour 7 et 22 mm). La relation liant le volume du bain et le gradient thermique est perturbée par l'apport de fil à vitesse plus élevée. Par ailleurs, si le fil est froid, il peut servir comme source de germes hétérogènes [67–69].

Une étude systématique de la vitesse de dépôt et de la TCE dans le procédé Laser/Poudre d'un alliage de titane a été faite dans le travail [70]. Les auteurs ont pu proposer une stratégie de contrôle de structure purement colonnaire, purement équiaxe ou composite colonnaire/équiaxe (**Figure 1-22**). Un débit massique de poudre élevé augmente la probabilité d'avoir une TCE en haut de bain liquide en augmentant la convection de type Marangoni, augmentant la surface du bain et diminuant la vitesse de refroidissement [70].



**Figure 1-22 :** Formation de la structure mixte colonnaire/équiaxe [70].

D'après [67], si le fil n'est pas totalement fondu, il pourra plus facilement être introduit dans le bain liquide. Il refroidit alors le bain de fusion en créant des gradients négatifs conduisant à une germination hétérogène dans la partie supérieure du bain, bloquant la croissance colonnaire épitaxiale du fond de bain.

## 4.7. Autres procédés

D'autres mécanismes ont été étudiés pour contrôler la microstructure que nous mentionnons ici que brièvement car n'entrant pas directement dans le cadre des procédés étudiés dans la suite du travail.

### 4.7.1. Inoculation

L'inoculation par les précipités ajoutés ou par le contrôle de la composition d'alliage et les mécanismes sont décrits dans la revue [71], concernant plusieurs systèmes métalliques et différents procédés de la

FA. Le taux solutal élevé dans l'alliage [72] permet de produire plus de surfusion constitutionnelle dans le bain liquide et augmenter la germination.

### 4.7.2. Ultrasons

L'affinement des grains a été effectué avec brassage ultrasonore du bain liquide dans les alliages de magnésium [72]. Dans les alliages d'aluminium, les ultrasons permettent d'avoir les zones à grains équiaxes (EQZ) dans le procédé TIG [73].

L'influence des ultrasons, transmis par la vibration du substrat, sur la structure de l'alliage 625, déposé par le procédé DED/poudre est montrée dans le travail [74]. Les ultrasons de fréquence de 20 kHz permettent de casser la texture et d'affiner les grains pendant la solidification.

### 4.7.3. Martelage et laminage entre passes

Les traitements thermomécaniques, notamment le laminage entre les couches déposées, dans le dépôt Arc/Fil de l'alliage 718 a été réalisé dans le travail [75]. Cela provoque la formation de structure mixte (colonnaire/équiaxe) par recristallisation et donne une augmentation des propriétés mécaniques en traction au niveau comparable avec le matériau conventionnel, en gardant les phases typiques de la FA, notamment les Laves et la phase  $\delta$ , qui viennent avec le traitement thermique.

### 4.7.4. Force centrifuge

La zone équiaxe (EQZ) a été éliminée en augmentant la force centrifuge de 1 g jusqu'à 10 g dans le procédé GTAW d'un alliage Al-Cu-Li (2195) [76]. La convection et la poussée d'Archimède ont été augmentées, ce qui permet de dissoudre tous les germes dans le bain liquide et d'éliminer la germination hétérogène près de l'interface. Dans le procédé hybride Laser/Arc avec le changement d'angle du laser par rapport à la direction de gravité, l'intensité de la convection dans le bain liquide change ce qui fait évoluer la microstructure [77].

### 4.7.5. Changement du motif et de mode de dépôt

Un exemple particulier de cette stratégie avec un motif complexe est donné dans l'article [78], en utilisant les avantages de SLM et EBM. Cela permet de contrôler la texture du matériau plus finement que les procédés DED ne le permettent. Un monocristal peut même ainsi être réalisé. Une autre possibilité consiste à changer de mode de dépôt : ce moyen est réalisable par SLM et EBM grâce à la rapidité du procédé par exemple en passant de raster mode ou linéaire par le spot mode.

### 4.7.6. Refroidissement actif

Plusieurs possibilités de refroidissement actif du dépôt existent. Un exemple est la construction du mur dans le bain de l'eau [79]. Cela permet d'améliorer la stabilité du dépôt et les propriétés mécaniques en diminuant les défauts possibles pendant la construction.

## 5. Transitions hybrides

La FA Hybride est un procédé prometteur pour produire des pièces et des structures complexes en alliages base de nickel, respectant les taux de dépôt élevés lors du dépôt du Fil et une précision géométrique par dépôt de Poudre dans le procédé DED laser. Cette combinaison des procédés devrait permettre de produire des pièces de grande taille avec des structures géométriquement complexes, irréalisables par d'autres technologies.

Nous avons trouvé deux travaux se rapprochant le plus de cette étude, avec changement de process mais gardant la poudre comme métal d'apport.

Le premier travail [80] concerne la jonction Hybride de l'alliage 625, déposé en utilisant le LPBF et DED de la Poudre. L'état microstructural de l'interface, le traitement thermique de recristallisation et surtout la tenue mécanique en traction et en fatigue ont été étudiés. La partie DED avait la microstructure plus grossière et par conséquent les propriétés mécaniques plus faibles. La déformation est localisée dans

cette partie de l'éprouvette de la jonction Hybride. Le traitement thermique permet d'homogénéiser les propriétés mécaniques, en recristallisant les deux microstructures.

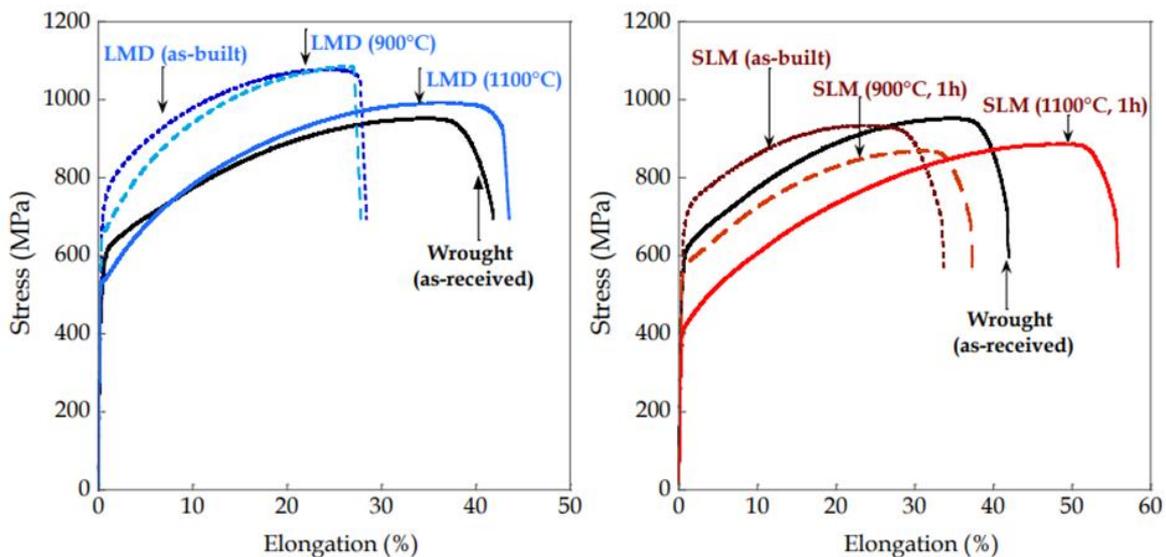
Le deuxième travail, combinant un procédé SLM avec l'oscillation et DED de la Poudre dans le cas de l'Inconel 718, a été récemment rapporté [81]. La microstructure et le développement de la texture à travers l'interface ont été étudiés, ainsi que l'influence du traitement thermique, la microségrégation, la composition et la nature des précipités. La partie Hybride a été testée mécaniquement et le travail montre que la partie DED était la plus faible, en raison de la précipitation de la phase  $\delta$  pendant le traitement thermique dans les espacements interdendritiques.

Néanmoins, il n'existe pas de données sur la transition DED Fil/Poudre, ainsi que sur la formation de la microstructure dans le cas d'un dépôt en aller simple pour les deux parties de la jonction. L'influence des conditions thermiques sur le mode de solidification n'a pas été mentionnée auparavant.

La transition Hybride pourrait être un point faible dans la FA des dépôts à grande échelle. La fusion et le refroidissement rapides, les cycles thermiques multiples conduisent à un niveau élevé de contraintes résiduelles, de ségrégations, qui dépendent du procédé utilisé et plus précisément de l'énergie apportée [82,83]. La porosité, les manques de fusion, les particules non-fondues sont des défauts typiques de la FA. Des phases indésirables peuvent également se former et nuire aux propriétés mécaniques [84].

### 6. Propriétés mécaniques dans la fabrication additive métal

Les pièces de FA ont très souvent une limite d'élasticité plus importante que le métal de base, en revanche la ductilité est plus faible, en relation avec un taux de porosité plus grand, d'autres défauts présents, la contamination du dépôt, les contraintes résiduelles et un état de surface brut [27]. Dans le cas du 625, [85], ont montrés sur la **Figure 1-23**, une résistance à la traction plus élevée que l'alliage 625 conventionnel, mais avec perte de ductilité. Le traitement thermique de recuit sur le procédé LMD (Laser/Poudre), effectué à 900 °C pendant 1h ne modifie pas les propriétés mécaniques, confirmant la thermostabilité de la structure, en revanche le traitement thermique à 1100 °C pendant 1h fait revenir le matériau à l'état standard, proche du matériau conventionnel avec le même niveau de ductilité, néanmoins la limite d'élasticité est plus faible (**Figure 1-23**). Les valeurs de microdurété de l'alliage 625, élaboré par la FA, sont plus élevées, que pour le matériau conventionnel, expliqué par la microstructure de solidification fine avec la microségrégation présente, mais évidemment il y a une chute de la microdurété au cours du traitement thermique, avec la dissolution des précipités et remise en solution des éléments d'alliage. Les valeurs numériques sont reportées dans le **Tableau 1-4**.



**Figure 1-23 :** Courbes de traction de l'alliage 625 conventionnel et issu de la FA brut d'élaboration et après recuit [85].

**Tableau 1-4 :** Propriétés mécaniques de l'alliage 625 conventionnel et issu de la FA [85].

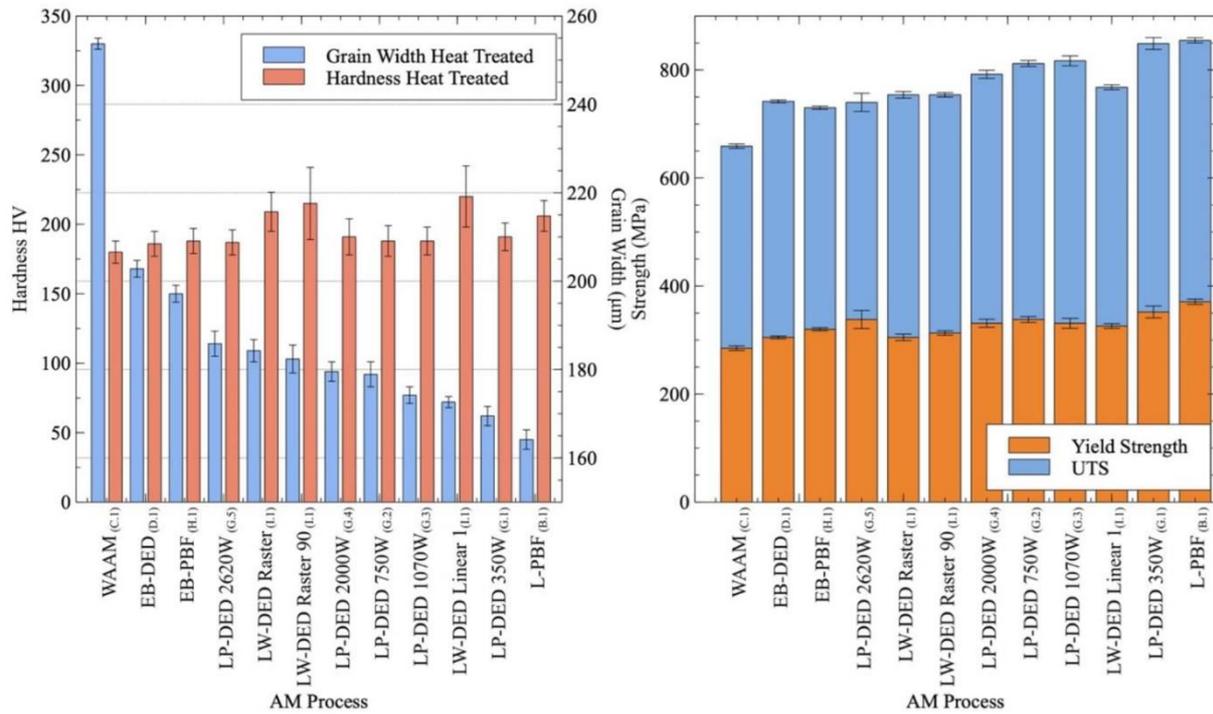
Inconel 625	Young Modulus (GPa)	Yield stress (MPa)	Ultimate tensile strength (MPa)	Elongation (%)
Wrought samples	184 ± 16	482 ± 42	955 ± 6	41 ± 1
<i>Samples processed by SLM</i>				
As-built (AS)	145 ± 4	652 ± 10	925 ± 13	32 ± 3
AS + 900°C/1 h	142 ± 11	567 ± 15	869 ± 7	38 ± 1
AS + 1100°C/1 h	114 ± 8	409 ± 14	886 ± 11	56 ± 5
<i>Samples processed by LMD</i>				
As-built (AS)	223 ± 24	723 ± 23	1073 ± 5	26 ± 2
AS + 900°C/1 h	224 ± 19	654 ± 15	1084 ± 2	27 ± 2
AS + 1100°C/1 h	213 ± 22	532 ± 22	991 ± 13	43 ± 1
<i>Other investigations</i>				
LMD [21]	-	656	1000	24
SLM [16]	182	783	1041	33
SLM [22]	196 ± 12	641 ± 24	879 ± 2	30 ± 2

Une comparaison des nombreux procédés de dépôt de l'alliage 625, brut de solidification est donné dans le travail (**Tableau 1-5**) [86]. Le procédé Cold Spray donne une structure, qui est très loin de l'équilibre avec des grains très fin et une microdureté très élevée. Les procédés WAAM, Hot Wire, LP-DED, LW-DED ont des microstructures et des microduretés, qui sont similaires que les auteurs corrélerent avec la largeur des grains.

**Tableau 1-5 :** Propriétés mécaniques de l'alliage 625 issu des différents dépôts par la FA [86].

Inconel 625 Microstructural, Density, and Hardness Comparison for Different AM Processes							
AM Process	Grain Morphology	Grain Width (µm)	Grain Length (µm)	Achieved Density (%)	Hardness (HV)	PDAS (µm)	SDAS (µm)
Cold Spray (A.1)	Flattened Particles	15 ± 2	8	98.7	590 ± 19	0.5	0.3
L-PBF (B.1)	Columnar/Dendrites	25 ± 3	331	99.8	304 ± 7	-	-
WAAM (C.1)	Columnar/Dendrites	79 ± 7	1361	99.9	228 ± 4	15	7
EB-DED (D.1)	Columnar/Dendrites	54 ± 5	405	99.9	236 ± 6	11	8
Hot Wire (E.1)	Columnar/Dendrites	131 ± 9	680	99.9	234 ± 9	10	8
Binder Jet-44 µm (F.1)	Equiaxed	192 ± 16	-	98.9	179 ± 19	-	-
Binder Jet-22 µm (F.2)	Equiaxed	162 ± 13	-	99.1	180 ± 16	-	-
LP-DED -350 W (G.1)	Columnar/Dendrites	43 ± 5	130	99.9	263 ± 7	5	2
LP-DED -750 W (G.2)	Columnar/Dendrites	90 ± 8	600	99.9	256 ± 9	4	2
LP-DED -1070 W (G.3)	Columnar/Dendrites Delta needles	71 ± 6	367	99.8	242 ± 6	7	3
LP-DED -2000W (G.4)	Columnar/Dendrites	92 ± 7	487	99.9	242 ± 7	7	4
LP-DED -2620 W (G.5)	Columnar/Dendrites	86 ± 9	347	99.5	223 ± 9	8	6
EBM (H.1)	Columnar grains	114 ± 10	685	99.1	191 ± 6	6	5
LW-DED (I.1)	Columnar/Dendrites	80 ± 8	355	99.9	223 ± 9	8	3

La réponse de microstructures des nombreux procédés de dépôt de l'alliage 625 après traitements thermiques complexes (relaxation à 1066°C pendant 1,5h, suivi de CIC à 1163°C – 4h et mise en solution 1h à 1177°C) est donnée dans le travail [87]. Le nombre de paramètres et de techniques utilisées associée aux mécanismes entrant en jeu durant le traitement thermique rend délicate l'interprétation des données. Les auteurs ont tenté de relier les propriétés de dureté et de traction aux tailles de grains mesurées suite au traitement thermique : on peut observer une légère corrélation en terme de résistance mécanique, moins évidente en terme de limite d'élasticité ou de microdureté **Figure 1-24**, les auteurs concluant qu'un large éventail de propriétés peuvent être obtenues par élaboration additive permettant de satisfaire au mieux un cahier des charges.



**Figure 1-24 :** Influence des différents dépôts par la FA et du traitement thermique de l'alliage 625 sur la taille des grains et les propriétés mécaniques [87].

## 7. Conclusion du chapitre

Les procédés de la FA conduisent généralement à des structures avec des grains colonnaires. Ceci est principalement attribué aux gradients thermiques élevés qui réduisent ou éliminent la zone en surfusion devant l'interface S/L, et à l'utilisation d'alliages typiquement conçus pour la fabrication additive avec des faibles teneurs en alliage, ou avec des éléments d'alliage qui contribuent peu à la génération de la surfusion constitutionnelle. Cependant, il est possible d'obtenir des grains équiaxes très fins dans les alliages métalliques par la FA : formation des zones avec les grains équiaxes fins dans les alliages d'aluminium ou le phénomène d'ISRO. On peut y parvenir en choisissant des alliages contenant de soluté pour générer suffisamment la surfusion constitutionnelle, comme c'est le cas de l'alliage 625. En outre, les vitesses de refroidissement très élevés associés à tous les procédés de FA peuvent générer une grande quantité de surfusion thermique, qui à son tour peut faciliter une germination plus importante avec moins de puissance nécessaire, en utilisant les stratégies de dépôt complexes (oscillation de la source d'énergie) ou les pulsations de la source.

La fabrication additive offre un certain nombre de possibilités à utiliser des approches pour affiner les structures des alliages, en favorisant les structures mixtes (colonnaires/équiaxes). Le procédé Laser/Poudre produit les structures le plus fines en terme de taille de grains et les espacements interdendritiques, le procédé Arc/Fil les plus grosses. Une corrélation directe avec les propriétés mécaniques, semble exister et le traitement thermique peut être utilisé afin de lisser la différence entre les procédés, en terme de microstructure et des propriétés mécaniques, mais les études comparent généralement des procédés ayant des vitesses de dépôt très différentes entre elles.

Il ressort finalement que pour un alliage donné, la variété des phénomènes entrant en compétition dans l'établissement des structures nécessite une étude approfondie pour augmenter la compréhension d'un procédé en vue de l'améliorer et augmenter sa robustesse et permettre de comparer plus finement les procédés entre eux.

## 8. Références

- [1] Special Metals Inconel 625
- [2] Chauvet E, Kontis P, Jäggle E A, Gault B, Raabe D, Tassin C, Blandin J-J, Dendievel R, Vayre B, Abed S and Martin G 2018 Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based superalloy produced by selective electron Beam Melting *Acta Materialia* **142** 82–94
- [3] Reed R C 2006 *The superalloys: fundamentals and applications* (Book Cambridge, UK ; New York: Cambridge University Press)
- [4] Näkki J 2018 *Properties of alloy 625 claddings made with laser and CMT methods* (PhD Thesis Tampere University of Technology Finlande)
- [5] DuPont J N, Lippold J C and Kiser S D 2009 *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys* (Book Hoboken, N.J: John Wiley & Sons)
- [6] Silva C C, Miranda H C de, Motta M F, Farias J P, Afonso C R M and Ramirez A J 2013 New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay *Journal of Materials Research and Technology* **2** 228–37
- [7] Ter-Ovanessian B 2011 *Etude comparative de différents superalliages base Ni pour ressorts de systèmes de maintien* (PhD Thesis Université de Toulouse France) 10-18
- [8] Mukherjee T, Manvatkar V, De A and DebRoy T 2017 Dimensionless numbers in additive manufacturing *Journal of Applied Physics* **121** 064904
- [9] Hu Y L, Lin X, Yu X B, Xu J J, Lei M and Huang W D 2017 Effect of Ti addition on cracking and microhardness of Inconel 625 during the laser solid forming processing *Journal of Alloys and Compounds* **711** 267–77
- [10] Tinoco, J and Fredriksson, H 2004 Solidification of a Modified Inconel 625 Alloy under Different Cooling Rates *High Temperature Materials and Processes* **23** 13–24
- [11] Xu F, Lv Y, Liu Y, Shu F, He P and Xu B 2013 Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process *Journal of Materials Science & Technology* **29** 480–8
- [12] Son K, Kassner M E and Lee K A 2020 The Creep Behavior of Additively Manufactured Inconel 625 *Adv. Eng. Mater.* **22** 1900543
- [13] Li D, Guo Q, Guo S, Peng H and Wu Z 2011 The microstructure evolution and nucleation mechanisms of dynamic recrystallization in hot-deformed Inconel 625 superalloy *Materials & Design* **32** 696–705
- [14] Hu Y, Lin X, Li Y, Zhang S, Zhang Q, Chen W, Li W and Huang W 2021 Influence of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 fabricated by directed energy deposition *Materials Science and Engineering: A* **817** 141309
- [15] Baldan R, Silva A A A P da, Tanno T M, Costa E T da, Brentegani J V N and Couto A A 2020 Experimental Investigation of Delta Phase Precipitation in Inconel 625 Superalloy Aged at 550, 625 and 725 °C *Mat. Res.* **23** e20190546
- [16] Floreen S, Fuchs G E and Yang W J 1994 The Metallurgy of Alloy 625 *Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives (1994)* Superalloys (TMS) pp 13–37

## Chapitre 1. Etat de l'art

- [17] Després A, Antonov S, Mayer C, Tassin C, Veron M, Blandin J-J, Kontis P and Martin G 2021 On the role of boron, carbon and zirconium on hot cracking and creep resistance of an additively manufactured polycrystalline superalloy *Materialia* **19** 101193
- [18] DuPont J N, Notis M, Marder A, Robino C and Michael J 1998 Solidification of Nb-bearing superalloys: Part I. Reaction sequences *Metallurgical and Materials Transactions A* **29** 2785–96
- [19] Ross E W 1987 Nickel-base alloys *Superalloy II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power* (New York USA: Wiley) 97–133
- [20] Brooks J, Bridges P, and others 1988 Metallurgical stability of Inconel alloy 718 *Superalloys* **88** 33–42
- [21] Yang F, Dong L, Hu X, Zhou X, Xie Z and Fang F 2020 Effect of solution treatment temperature upon the microstructure and mechanical properties of hot rolled Inconel 625 alloy *J Mater Sci* **55** 5613–26
- [22] Kou S 2003 *Welding metallurgy* (Book Hoboken, N.J: John Wiley & Sons)
- [23] Xiao W, Li S, Wang C, Shi Y, Mazumder J, Xing H and Song L 2019 Multi-scale simulation of dendrite growth for direct energy deposition of nickel-based superalloys *Materials & Design* **164** 107553
- [24] Dantzig J A and Rappaz M 2009 *Solidification* (Lausanne (Suisse) Boca Raton (Fla.): EPFL press CRC press)
- [25] Hunt J D 1984 Steady state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectic *Materials Science and Engineering* **65** 75–83
- [26] Rajamäki P 2008 *Fusion weld metal solidification: Continuum from weld interface to centerline* (PhD Thesis Lappeeranta University of Technology Finland)
- [27] DebRoy T, Wei H L, Zuback J S, Mukherjee T, Elmer J W, Milewski J O, Beese A M, Wilson-Heid A, De A and Zhang W 2018 Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties *Progress in Materials Science* **92** 112–224
- [28] Wei H L, Mazumder J and DebRoy T 2015 Evolution of solidification texture during additive manufacturing *Sci Rep* **5** 16446
- [29] Pham M-S, Dovggy B, Hooper P A, Gourlay C M and Piglione A 2020 The role of side-branching in microstructure development in laser powder-bed fusion *Nat Commun* **11** 749
- [30] Gutierrez A and Lippold J 1998 A proposed mechanism for equiaxed grain formation along the fusion boundary in aluminum-copper-lithium alloys *Welding Journal* **77** 123-132
- [31] Xia L, Zhan X, Yu H, Xia P, Feng X and Wang Z 2018 Morphology and formation mechanism of equiaxed grains along the fusion boundary in Al–Li alloy weld seam *Mater. Res. Express* **5** 116523
- [32] Fu B, Qin G, Meng X, Ji Y, Zou Y and Lei Z 2014 Microstructure and mechanical properties of newly developed aluminum–lithium alloy 2A97 welded by fiber laser *Materials Science and Engineering: A* **617** 1–11
- [33] Kostrivas A and Lippold J 2000 A method for studying weld fusion boundary microstructure evolution in aluminum alloys *WELDING JOURNAL-NEW YORK-* **79** 1-s

## Chapitre 1. Etat de l'art

- [34] Han C, Jiang P, Geng S, Mi G, Wang C and Li Y 2021 Nucleation mechanisms of equiaxed grains in the fusion zone of aluminum-lithium alloys by laser welding *Journal of Materials Research and Technology* **14** 2219–32
- [35] Tan Q, Yin Y, Prasad A, Li G, Zhu Q, StJohn D H and Zhang M-X 2022 Demonstrating the roles of solute and nucleant in grain refinement of additively manufactured aluminium alloys *Additive Manufacturing* **49** 102516
- [36] Galera-Rueda C, Montero-Sistiaga M L, Vanmeensel K, Godino-Martínez M, Llorca J and Pérez-Prado M T 2021 Icosahedral quasicrystal-enhanced nucleation in Al alloys fabricated by selective laser melting *Additive Manufacturing* **44** 102053
- [37] Cazic I, Zollinger J, Mathieu S, El Kandaoui M, Plapper P and Appolaire B 2021 New insights into the origin of fine equiaxed microstructures in additively manufactured Inconel 718 *Scripta Materialia* **195** 113740
- [38] Rappaz M, Jarry Ph, Kurtuldu G and Zollinger J 2020 Solidification of Metallic Alloys: Does the Structure of the Liquid Matter? *Metall Mater Trans A* **51** 2651–64
- [39] Galera-Rueda C, Jin X, Llorca J and Pérez-Prado M T 2022 Icosahedral quasicrystal enhanced nucleation in commercially pure Ni processed by selective laser melting *Scripta Materialia* **211** 114512
- [40] Martin J H, Yahata B, Mayer J, Mone R, Stonkevitch E, Miller J, O'Masta M R, Schaedler T, Hundley J, Callahan P and Pollock T 2020 Grain refinement mechanisms in additively manufactured nano-functionalized aluminum *Acta Materialia* **200** 1022–37
- [41] David S A and Vitek J 1993 *International Trends in Welding Science and Technology: Proceedings of the 3rd International Conference on Trends in Welding Research, Gatlinburg, Tennessee, USA, June 1-5, 1992* (ASM International)
- [42] Granger D 1985 Practical aspects of grain refining aluminum alloy melts *Proceedings Int. Seminar. Refining and alloying of Liquid Aluminium and Ferroalloys, Trondheim, Norway* pp 231–44
- [43] Kou S and Le Y 1988 Welding parameters and the grain structure of weld metal—A thermodynamic consideration *Metallurgical Transactions A* **19** 1075–82
- [44] Zhu Z, Ng F L, Seet H L, Lu W, Liebscher C H, Rao Z, Raabe D and Mui Ling Nai S 2022 Superior mechanical properties of a selective-laser-melted AlZnMgCuScZr alloy enabled by a tunable hierarchical microstructure and dual-nanoprecipitation *Materials Today* **52** 90–101
- [45] Gäumann M, Bezençon C, Canalis P and Kurz W 2001 Single-crystal laser deposition of superalloys: processing–microstructure maps *Acta Materialia* **49** 1051–62
- [46] Fujita Y, Saida K and Nishimoto K 2006 Study of microstructure in surface-melted region of Ni-base single crystal superalloy CMSX-4 *Materials science forum* vol 512 (Trans Tech Publ) pp 313–8
- [47] Anderson T, DuPont J and DebRoy T 2010 Stray grain formation in welds of single-crystal Ni-base superalloy CMSX-4 *Metallurgical and Materials Transactions A* **41** 181–93
- [48] Zhu Y, Tian X, Li J and Wang H 2014 Microstructure evolution and layer bands of laser melting deposition Ti–6.5Al–3.5Mo–1.5Zr–0.3Si titanium alloy *Journal of Alloys and Compounds* **616** 468–74

## Chapitre 1. Etat de l'art

- [49] Ho A, Zhao H, Fellowes J W, Martina F, Davis A E and Prangnell P B 2019 On the origin of microstructural banding in Ti-6Al4V wire-arc based high deposition rate additive manufacturing *Acta Materialia* **166** 306–23
- [50] Abbaschian G and David S A 1983 *Grain Refinement in Castings and Welds: Proceedings of a Symposium* (Metallurgical Society of AIME)
- [51] Lim Y C, Yu X, Cho J H, Sosa J, Farson D F, Babu S S, McCracken S and Flesner B 2010 Effect of magnetic stirring on grain structure refinement Part 2 – Nickel alloy weld overlays *Science and Technology of Welding and Joining* **15** 400–6
- [52] Lim Y C, Yu X, Cho J H, Sosa J, Farson D F, Babu S S, McCracken S and Flesner B 2010 Effect of magnetic stirring on grain structure refinement: Part 1 – Autogenous nickel alloy welds *Science and Technology of Welding and Joining* **15** 583–9
- [53] Kou S and Le Y 1985 Grain structure and solidification cracking in oscillated arc welds of 5052 aluminum alloy *Metallurgical Transactions A* **16** 1345–52
- [54] Sundaresan S and Ram G J 1999 Use of magnetic arc oscillation for grain refinement of gas tungsten arc welds in  $\alpha$ - $\beta$  titanium alloys *Science and Technology of Welding and Joining* **4** 151–60
- [55] Sharir Y, Pelleg J and Grill A 1978 Effect of arc vibration and current pulses on microstructure and mechanical properties of TIG tantalum welds *Metals Technology* **5** 190–6
- [56] Jiang Z, Chen X, Li H, Lei Z, Chen Y, Wu S and Wang Y 2020 Grain refinement and laser energy distribution during laser oscillating welding of Invar alloy *Materials & Design* **186** 108195
- [57] Yang H, Jing G, Gao P, Wang Z and Li X 2020 Effects of circular beam oscillation technique on formability and solidification behaviour of selective laser melted Inconel 718: From single tracks to cuboid samples *Journal of Materials Science & Technology* **51** 137–50
- [58] Li T, Lin X and Huang W 2006 Morphological evolution during solidification under stirring *Acta materialia* **54** 4815–24
- [59] Das A, Ji S and Fan Z 2002 Morphological development of solidification structures under forced fluid flow: a Monte-Carlo simulation *Acta Materialia* **50** 4571–85
- [60] Zhang Z, Zhao Y, Chen Y, Su Z, Shan J, Wu A, Sato Y S, Gu H and Tang X 2021 The role of the pulsed-wave laser characteristics on restraining hot cracking in laser cladding non-weldable nickel-based superalloy *Materials & Design* **198** 109346
- [61] Reddy G M, Gokhale A A, Prasad K S and Rao K P 1998 Chill zone formation in Al–Li alloy welds *Science and Technology of Welding and Joining* **3** 208–12
- [62] Wang W, Lin W, Yang R, Wu Y, Li J, Zhang Z and Zhai Z 2022 Mesoscopic evolution of molten pool during selective laser melting of superalloy Inconel 738 at elevating preheating temperature *Materials & Design* **213** 110355
- [63] Shi F, Zheng Z T, He M, Lei Y F, Guo D H and Yu J L 2020 Fluid flow behavior and solidification process of welding pool under rapid cooling condition based on cellular automata-lattice Boltzmann method (CA-LBM) couple model *Materialwiss. Werkstofftech.* **51** 862–77
- [64] Bambach M, Sizova I, Silze F and Schnick M 2018 Comparison of laser metal deposition of Inconel 718 from powder, hot and cold wire *Procedia CIRP* **74** 206–9

## Chapitre 1. Etat de l'art

- [65] Li Z, Liu C, Xu T, Ji L, Wang D, Lu J, Ma S and Fan H 2019 Reducing arc heat input and obtaining equiaxed grains by hot-wire method during arc additive manufacturing titanium alloy *Materials Science and Engineering: A* **742** 287–94
- [66] Wu Q, Lu J, Liu C, Fan H, Shi X, Fu J and Ma S 2017 Effect of Molten Pool Size on Microstructure and Tensile Properties of Wire Arc Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V Alloy *Materials* **10** 749
- [67] Wang J, Lin X, Li J, Xue A, Liu F, Huang W and Liang E 2020 A study on obtaining equiaxed prior- $\beta$  grains of wire and arc additive manufactured Ti-6Al-4V *Materials Science and Engineering: A* **772** 138703
- [68] Wang J, Lin X, Li J, Xue A, Liu F, Huang W and Liang E 2020 A study on obtaining equiaxed prior- $\beta$  grains of wire and arc additive manufactured Ti-6Al-4V *Materials Science and Engineering: A* **772** 138703
- [69] Fu J, Gong L, Zhang Y, Wu Q, Shi X, Chang J and Lu J 2017 Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Fabricated by Vertical Wire Feeding with Axisymmetric Multi-Laser Source *Applied Sciences* **7** 227
- [70] Wang T, Zhu Y Y, Zhang S Q, Tang H B and Wang H M 2015 Grain morphology evolution behavior of titanium alloy components during laser melting deposition additive manufacturing *Journal of Alloys and Compounds* **632** 505–13
- [71] Zhang D, Prasad A, Bermingham M J, Todaro C J, Benoit M J, Patel M N, Qiu D, StJohn D H, Qian M and Easton M A 2020 Grain Refinement of Alloys in Fusion-Based Additive Manufacturing Processes *Metall Mater Trans A* **51** 4341–59
- [72] Yuan T, Kou S and Luo Z 2016 Grain refining by ultrasonic stirring of the weld pool *Acta Materialia* **106** 144–54
- [73] Chen Q-H, Lin S-B, Yang C-L, Fan C-L and Ge H-L 2016 Effect of Ultrasound on Heterogeneous Nucleation in TIG Welding of Al-Li Alloy *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)* **29** 1081–8
- [74] Todaro C J, Easton M A, Qiu D, Zhang D, Bermingham M J, Lui E W, Brandt M, StJohn D H and Qian M 2020 Grain structure control during metal 3D printing by high-intensity ultrasound *Nat Commun* **11** 142
- [75] Xu X, Ganguly S, Ding J, Seow C E and Williams S 2018 Enhancing mechanical properties of wire + arc additively manufactured INCONEL 718 superalloy through in-process thermomechanical processing *Materials & Design* **160** 1042–51
- [76] Aidun D and Dean J 1999 Effect of enhanced convection on the microstructure of Al-Cu-Li welds *WELDING JOURNAL-NEW YORK-* **78** 349-s
- [77] Chen C, Gao M, Mu H and Zeng X 2019 Microstructure and mechanical properties in three-dimensional laser-arc hybrid welding of AA2219 aluminum alloy *Journal of Laser Applications* **31** 032005
- [78] Raghavan N, Simunovic S, Dehoff R, Plotkowski A, Turner J, Kirka M and Babu S 2017 Localized melt-scan strategy for site specific control of grain size and primary dendrite arm spacing in electron beam additive manufacturing *Acta Materialia* **140** 375–87
- [79] da Silva L J, Souza D M, de Araújo D B, Reis R P and Scotti A 2020 Concept and validation of an active cooling technique to mitigate heat accumulation in WAAM *Int J Adv Manuf Technol* **107** 2513–23

## Chapitre 1. Etat de l'art

- [80] Martin N, Hor A, Copin E, Lours P and Ratsifandrihana L 2022 Correlation between microstructure heterogeneity and multi-scale mechanical behavior of hybrid LPBF-DED Inconel 625 *Journal of Materials Processing Technology* **303** 117542
- [81] Godec M, Malej S, Feizpour D, Donik Č, Balažic M, Klobčar D, Pambaguian L, Conradi M and Kocijan A 2021 Hybrid additive manufacturing of Inconel 718 for future space applications *Materials Characterization* **172** 110842
- [82] DebRoy T, Wei H L, Zuback J S, Mukherjee T, Elmer J W, Milewski J O, Beese A M, Wilson-Heid A, De A and Zhang W 2018 Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties *Progress in Materials Science* **92** 112–224
- [83] Jafari D, Vaneker T H J and Gibson I 2021 Wire and arc additive manufacturing: Opportunities and challenges to control the quality and accuracy of manufactured parts *Materials & Design* **202** 109471
- [84] Sui S, Tan H, Chen J, Zhong C, Li Z, Fan W, Gasser A and Huang W 2019 The influence of Laves phases on the room temperature tensile properties of Inconel 718 fabricated by powder feeding laser additive manufacturing *Acta Materialia* **164** 413–27
- [85] Nguejio J, Szmytka F, Hallais S, Tanguy A, Nardone S and Godino Martinez M 2019 Comparison of microstructure features and mechanical properties for additive manufactured and wrought nickel alloys 625 *Materials Science and Engineering: A* **764** 138214
- [86] Gamon A, Arrieta E, Gradl P R, Katsarelis C, Murr L E, Wicker R B and Medina F 2021 Microstructure and hardness comparison of as-built inconel 625 alloy following various additive manufacturing processes *Results in Materials* **12** 100239
- [87] Luna V, Trujillo L, Gamon A, Arrieta E, Murr L E, Wicker R B, Katsarelis C, Gradl P R and Medina F 2022 Comprehensive and Comparative Heat Treatment of Additively Manufactured Inconel 625 Alloy and Corresponding Microstructures and Mechanical Properties *JMMP* **6** 107

## **Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques**

1. Alliage In625 : fil, poudre et conventionnel .....	41
1.1. Procédés DED : Arc et Laser.....	41
2. Métallographie et microscopie optique .....	46
2.1. Microscopie électronique à balayage MEB .....	47
2.2. Spectrométrie par sélection d'énergie EDS / Analyse à la microsonde de Castaing EPMA ....	48
2.3. Diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD .....	48
3. Traitements thermiques .....	50
4. Microdureté .....	50
5. Essais de traction .....	50
6. Modélisation : Thermo-Calc, Ansys Fluent .....	51
6.1. Thermo-Calc.....	51
6.2. Ansys Fluent.....	51
7. Références .....	52

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques

Dans ce chapitre le matériau – l’alliage 625 choisi pour cette étude sera présenté selon son origine et sa forme : fil ou poudre. Ensuite les procédés d’élaboration additive utilisés sont présentés. Nous aborderons alors la description des techniques de caractérisation utilisées dans cette étude pour caractériser notamment les macro et microstructures, propriétés thermiques et propriétés mécaniques. Une courte description des moyens numériques ponctuellement utilisés sera présentée pour conclure ce chapitre.

### 1. Alliage In625 : fil, poudre et conventionnel

Au sein du projet PAM-PROD, l’Inconel 625 a été déposé sous forme de poudre ou de fil. Le dépôt de fil (1,2 ou 1,6 mm) utilisé dans le procédé laser ou arc donne des vitesses de dépôt élevées, proches de 600 cm<sup>3</sup>/h, ce qui est nécessaire pour pouvoir déposer rapidement de grands volumes. Le fil disponible commercialement provient de UGITECH et la poudre aussi disponible commercialement provient de TEKNA. La barre laminée a été fournie par APERAM. La composition chimique du fil et de la poudre est donnée dans le **Tableau 2-1**.

**Tableau 2-1** : Composition des matières premières.

mass.%	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	C	Mn	Si	Al	Ti
Fil	Bal.	21,5	0,13	8,9	3,37	0,01	0,01	0,04	0,06	0,15
Poudre	Bal.	21,7	0,18	8,9	3,5	0,005	0,006	0,04	0,14	0,2

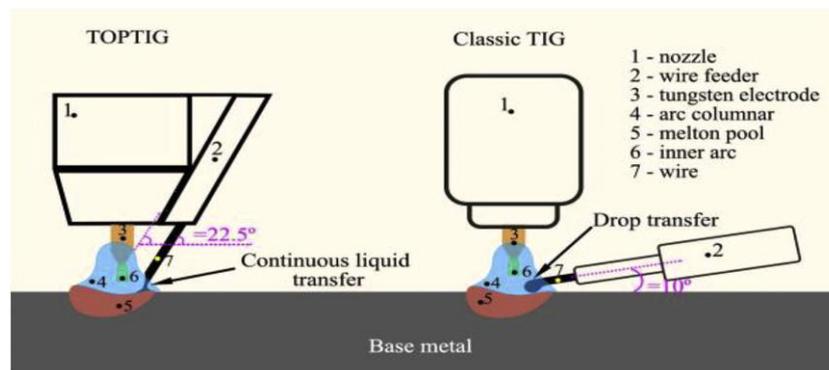
Le dépôt de poudre, lui, sert pour la finition des pièces, car le dépôt est plus stable géométriquement, mais moins rapide. La poudre d’Inconel 625, utilisée pour le dépôt, avait une distribution de tailles entre 45 et 105  $\mu\text{m}$ .

Une barre d’In625 conventionnel a également été étudiée pour pouvoir faire la comparaison entre un matériau « classique » et celui issu de la fabrication additive. La barre d’In625 a été laminée à chaud avec la microstructure équiaxe, et elle est représentative de la barre qui est ensuite tréfilée.

#### 1.1. Procédés DED : Arc et Laser

##### 1.1.1. Dépôt Arc/Fil

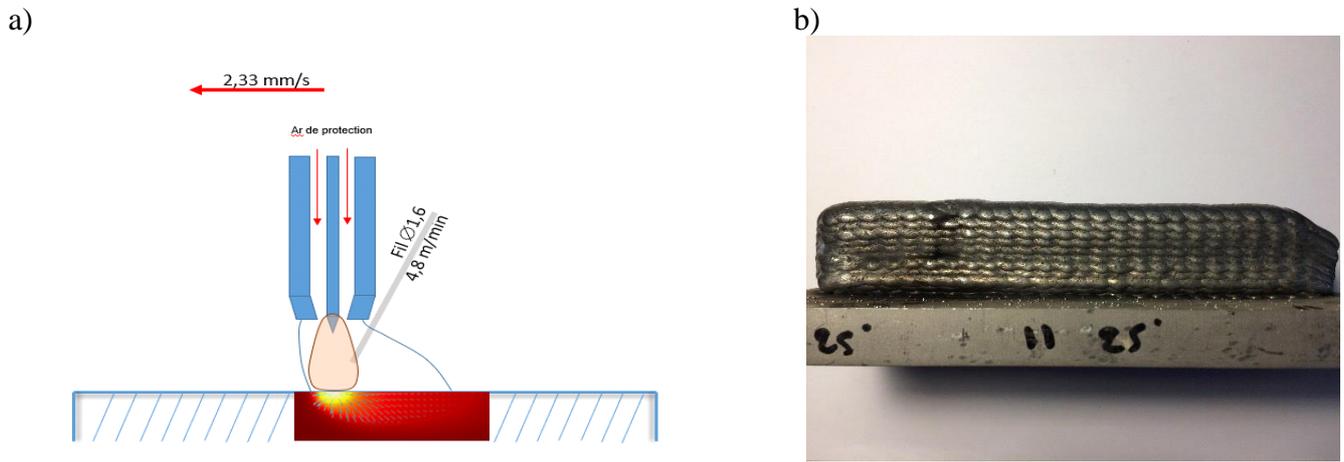
Le procédé Arc/Fil de Prodways est certainement le plus complexe en termes de microstructure. C’est un procédé TOP-TIG (Tungsten Inert Gas), bien décrit dans [1], qui est différent du procédé TIG classique (**Figure 2-1**).



**Figure 2-1** : Différence entre un procédé TOP-TIG et un procédé TIG classique [1].

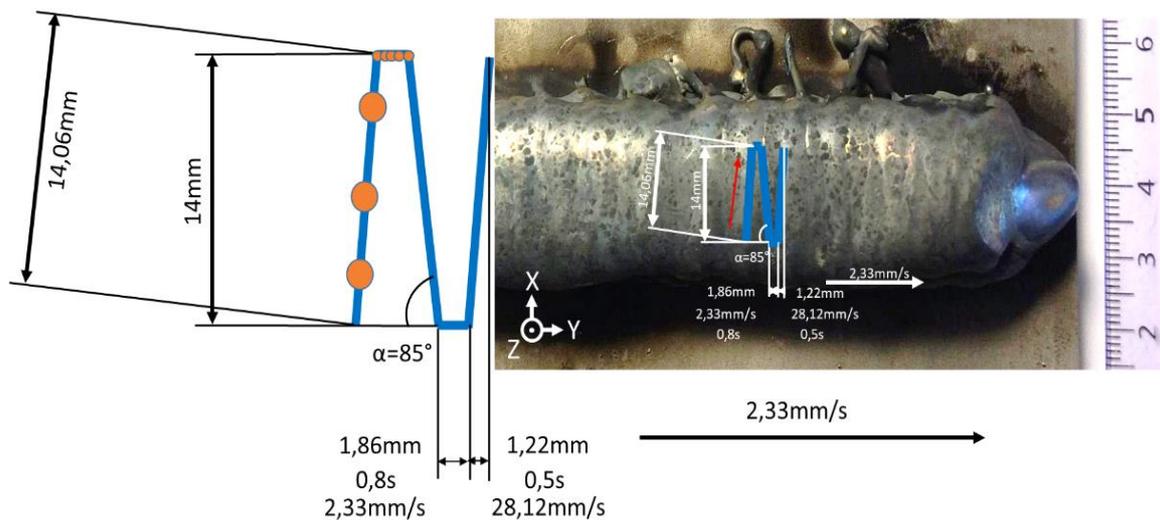
L’arrivée du fil très proche de l’axe de la torche donne la liberté de dépôt. Le transfert du métal liquide du fil se fait en continu et non pas en gouttelettes, ce qui améliore la stabilité du procédé. L’enceinte de la machine est isolée de l’atmosphère, ce qui permet de déposer les métaux et les alliages – qui sont sensibles à l’environnement pendant le dépôt, comme les alliages de titane, les aciers, les alliages d’aluminium. L’inconvénient du procédé est un émoussement permanent (consommation) de l’électrode en tungstène non protégée directement par le gaz protecteur, contrairement au procédé Plasma/Fil. Un schéma de la tête Arc/Fil et un exemple de mur réalisé est donné sur **Figure 2-2**.

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques



**Figure 2-2 :** a) Schéma du procédé Arc/Fil ; b) Vue de côté du mur Arc/Fil.

La stratégie de dépôt en créneau est présentée **Figure 2-3**. Cette stratégie consiste en une oscillation de l'arc combinée à des pulsations (variation de l'intensité, marquée par les points orange).



**Figure 2-3 :** Stratégie de dépôt Arc/Fil.

Les oscillations de la source d'arc suivant deux directions (X, Y) ont pour but principal d'élargir le bain liquide pour absorber l'arrivée du fil de diamètre 1,6 mm. Les pulsations consistent en une variation de l'intensité de l'arc, à une fréquence de 7 Hz. Cette variation permet de réduire la quantité de chaleur apportée pendant le dépôt.

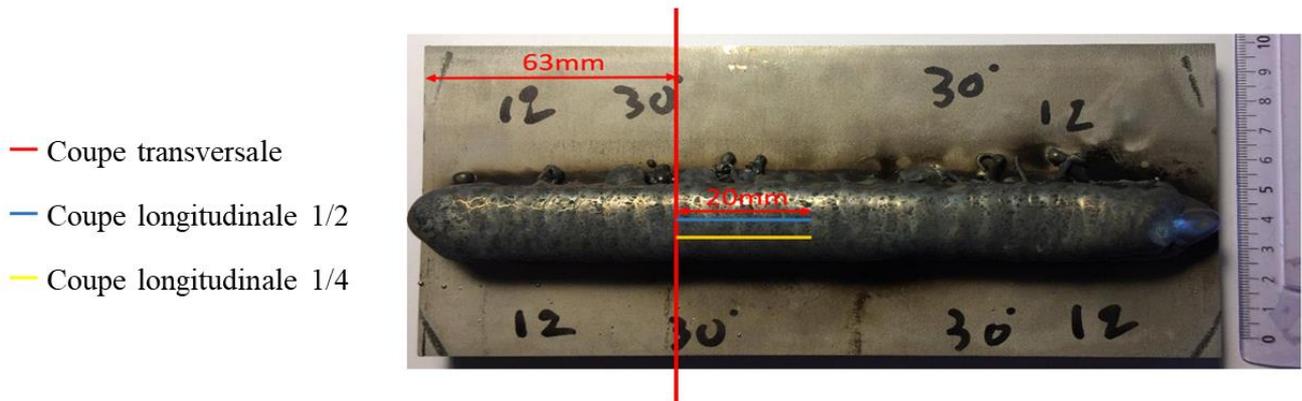
Un substrat d'épaisseur 1 cm en acier inoxydable 304 a été utilisé avec bridages sur les coins. Un temps d'attente entre chaque couche déposée est imposé pour permettre au mur déjà déposé de refroidir en dessous de 100°C entre chaque passe.

Une étude et caractérisation préliminaire des dépôts a été effectuée selon quatre combinaisons différentes des paramètres de dépôt : **Tableau 2-2**.

**Tableau 2-2 :** Conditions de dépôt Arc/Fil.

Mur	Angle de l'électrode, °	Vitesse du fil, m/min
1	25	4,8
2	30	4,8
3	20	4,8
4	20	4,3

Le plan de découpe du mur Arc/Fil est donné **Figure 2-4**. Dans chaque cas, trois types de découpe ont été réalisés : une coupe transversale, une coupe longitudinale selon la plus grande hauteur (demi-largeur) et une coupe longitudinale au quart de la largeur.



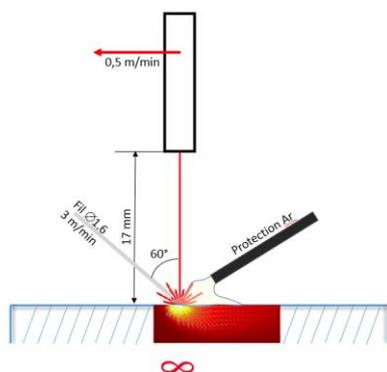
**Figure 2-4 :** Schéma de la découpe du mur Arc/Fil.

L'état de surface du dépôt sur le bord du mur montre bien la nécessité de l'usinage car on observe de la macrorugosité, et on trouve parfois du fil de métal ou des gouttelettes de métal collés sur le mur.

### 1.1.2. Dépôt Laser/Fil

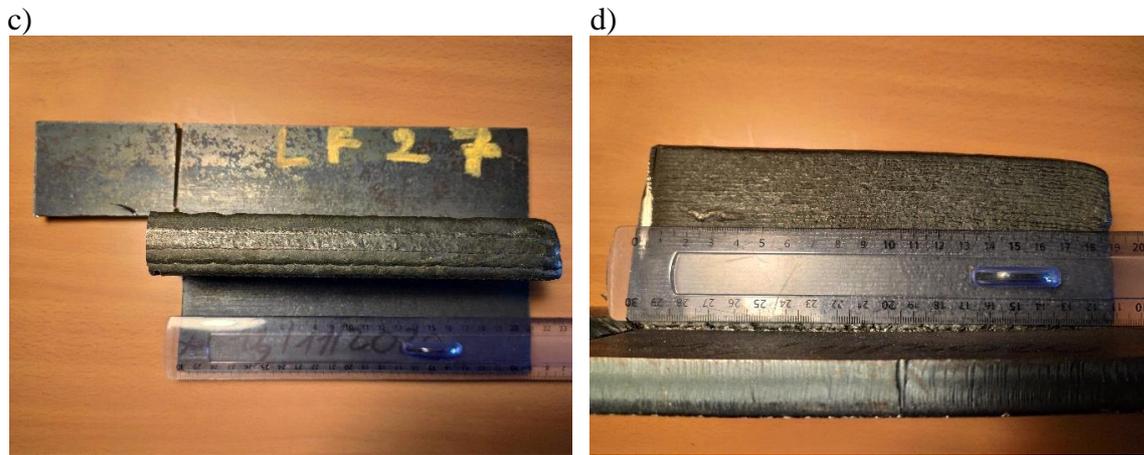
Le dépôt Laser/Fil développé à IrepaLaser permet de déposer le fil à grande vitesse pour répondre au cahier des charges de PAM-PROD. C'est finalement, ce procédé qui a été choisi dans le cadre du projet. Le schéma du procédé est donné **Figure 2-5 a**. Le fil est déposé en aller simple (**Figure 2-5 b**), car le montage actuel ne permet pas tous les degrés de liberté de mouvement du robot. La limitation de la géométrie du dépôt, due à l'arrivée du fil peut être résolue par la rotation de la table supportant le substrat. Le laser utilisé de la marque IPG YLS 10000 : la puissance du laser – 10 kW, longueur d'onde du laser – 1070 nm, la fibre optique – 400  $\mu\text{m}$ . Pour diminuer la densité de puissance du laser et élargir le bain liquide, le faisceau laser oscille en permanence avec un motif particulier. Le substrat en acier inoxydable 304L a été utilisé.

a)



b)





**Figure 2-5 :** a) Schéma du procédé Laser/Fil ; b) Stratégie de dépôt Laser/Fil ; c) Vue de dessus du mur ; d) Vue de côté du mur.

Une protection gazeuse (argon) est utilisée pour protéger le bain liquide. Un substrat en acier faiblement allié d'épaisseur 1 cm a été utilisé, bridé aux coins pendant le dépôt.

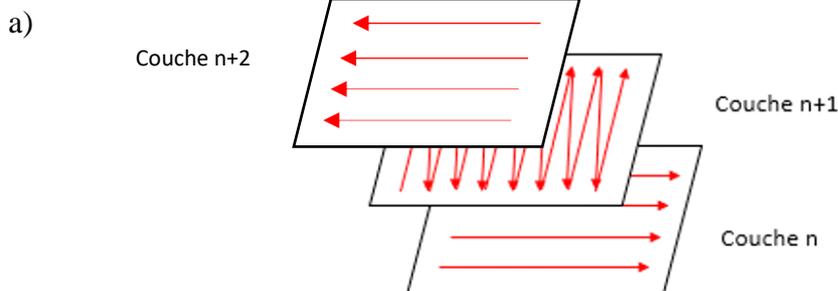
Les paramètres du procédé sont donnés dans le **Tableau 2-3**.

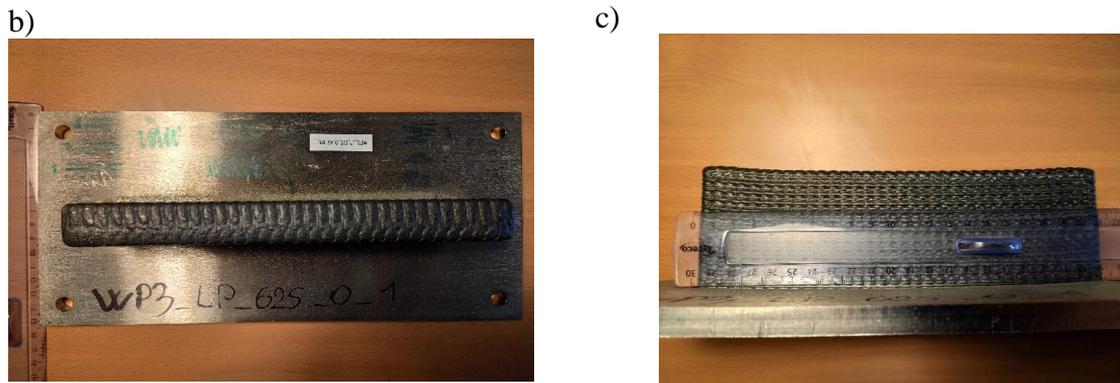
**Tableau 2-3 :** Conditions de dépôt Laser/Fil.

Paramètre	Laser/Fil
Puissance laser (W)	6800
Vitesse du fil ( $\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ )	4,2
Vitesse d'avance ( $\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ )	0,5
Largeur cordon (mm)	6,4
Hauteur cordon (mm)	2,2

### 1.1.3. Dépôt Laser/Poudre

Le dépôt Laser/Poudre développé à IrepaLaser (DED-CLAD®, [2]) permet de faire la finition de la pièce avec une précision spatiale beaucoup plus élevée qu'avec le fil. De plus la géométrie du dépôt n'est pas limitée, car celui-ci peut être effectué dans deux dimensions (SD-TD) en utilisant la trajectoire du laser la plus complexe. Le laser utilisé de la marque IPG YLS 10000 : la puissance du laser – 10 kW, longueur d'onde du laser – 1070 nm, la fibre optique – 400  $\mu\text{m}$ . La stratégie de dépôt et un exemple de mur sont donnés **Figure 2-6**. Cette stratégie consiste en l'alternance d'une première couche déposée en aller-simple, d'une deuxième couche déposée en oscillation zig-zag du laser, et d'une troisième couche à nouveau déposée en aller-simple, mais dans la direction opposée à la 1<sup>ère</sup> couche, etc. Cela permet de déposer la poudre pour avoir la texture la plus isotrope possible. Le substrat en acier inoxydable 316L a été utilisé.





**Figure 2-6 :** a) Stratégie de dépôt Laser/Poudre ; b) Vue de dessus du mur ; c) Vue de côté du mur.

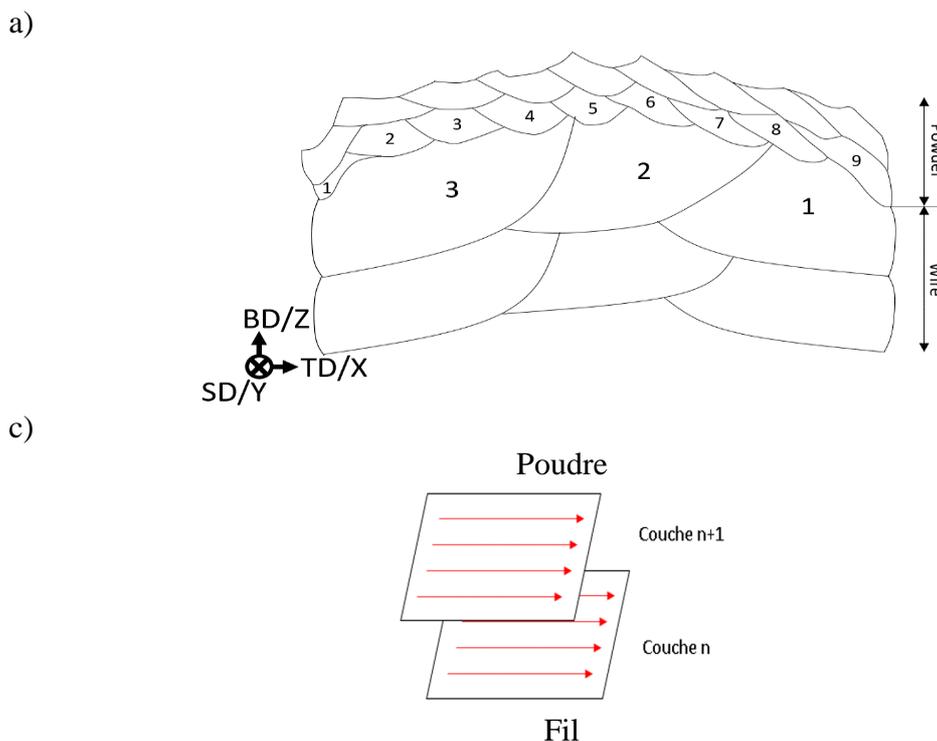
Les paramètres du procédé sont donnés dans le **Tableau 2-4**.

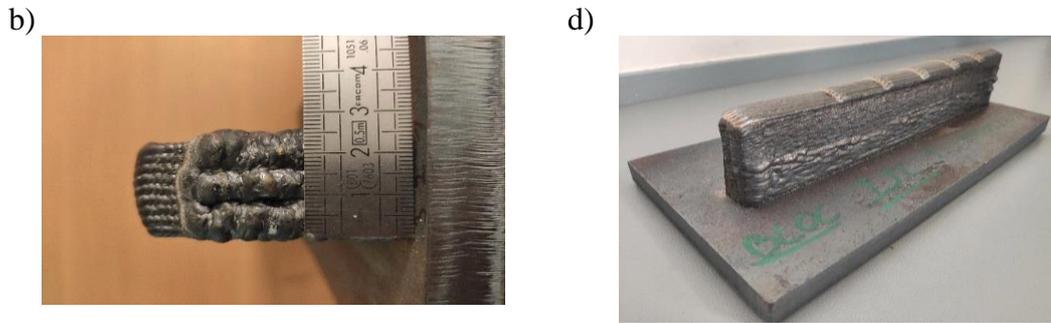
**Tableau 2-4 :** Conditions de dépôt Laser/Poudre.

Paramètre	Laser/Poudre
Puissance laser (W)	4500
Débit massique poudre ( $\text{gmin}^{-1}$ )	52
Vitesse d'avance ( $\text{mmmin}^{-1}$ )	1,5
Largeur cordon (mm)	2,6
Hauteur cordon (mm)	1,2

#### 1.1.4. Dépôt Hybride Laser/Fil/Poudre

Le procédé hybride fil/poudre est un mélange des deux procédés déjà mentionnés plus haut : Laser/Fil et Laser/Poudre. Le mur hybride a été déposé en deux étapes (**Figure 2-7**). D'abord, le mur « fil » a été construit par dépôts successifs en aller simple de trois cordons de fil d'In625 de diamètre 1,6 mm. Ensuite, le mur « poudre » a été déposé en aller simple par-dessus ce mur « fil » sous la forme de neuf cordons de poudre d'In625, avec une distribution des tailles de particules entre 45 et 105  $\mu\text{m}$ .





**Figure 2-7 :** Schéma de dépôt Hybride Laser/Fil/Poudre : a) et c) Séquence de dépôt ; b) Vue de la transition fil/poudre ; d) Vue générale du mur escalier.

Les paramètres du procédé sont donnés dans le **Tableau 2-5**.

**Tableau 2-5 :** Conditions de dépôt Hybride Laser/Fil/Poudre.

Paramètre	Fil	Poudre
Puissance du laser (W)	6800	4500
Vitesse d'apport du fil (mm <sup>-1</sup> )	4,2	
Débit massique de la poudre (gmin <sup>-1</sup> )		52
Vitesse du scan de laser (mm <sup>-1</sup> )	0,5	1,5
Déplacement du laser ΔX (mm)	6,4	2.6
Epaisseur de la couche (mm)	2,2	1,2
Energie linéique (Jmm <sup>-1</sup> )	816	180
Energie volumique (Jmm <sup>-3</sup> )	58	57,7
Masse déposée (kgh <sup>-1</sup> )	3,06	3,12
Energie massique (Jkg <sup>-1</sup> )	8×10 <sup>6</sup>	5,19×10 <sup>6</sup>

## 2. Métallographie et microscopie optique

La préparation classique pour faire la microscopie optique consiste en plusieurs étapes :

1. Prélèvement d'un échantillon du mur avec la grande tronçonneuse, en respectant les repères principaux du dépôt
2. Affinement de la découpe avec la micro-tronçonneuse
3. Enrobage à chaud ou à froid sauf si polissage avec l' « Accustop »
4. Polissage avec des papiers abrasifs à partir de la taille 80 jusqu'à 4000 avec rinçage constant de l'échantillon et du disque ;
5. Polissage et finition avec les pâtes diamantées de 3 μm et 1 μm ;
6. Attaque chimique avec la solution 95% HCl+5% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pendant une dizaine de secondes (marche bien pour le dépôt d'In625 préparé avec les pâtes diamantées ; plus délicat pour la finition à l'OP-S). La solution Marble a été utilisée comme attaque chimique préliminaire, afin de révéler les microstructures en contact avec le substrat en acier inoxydable.

- Pour la diffraction des rayons X, les échantillons sont polis jusqu'au papier de polissage 4000. Les échantillons sont ensuite directement placés dans la machine.
- Pour les mesures de microdureté Vickers les échantillons sont polis jusqu'au papier de polissage 800. Les échantillons sont ensuite directement placés dans la machine.
- Pour le MEB/EDS la préparation s'arrête à l'étape 5.
- Pour l'EBSO une finition avec solution colloïdale de SiO<sub>2</sub> de 0,25 μm (OP-S) est indispensable pour enlever les très petites rayures, révéler le contraste cristallin des grains et avoir le relief de

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques

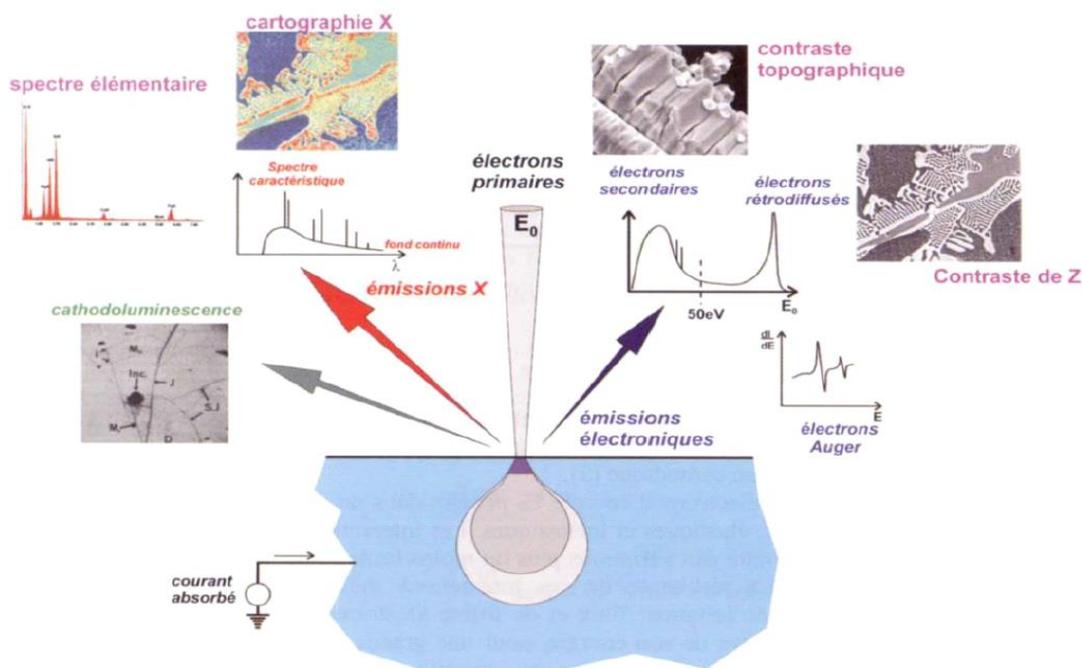
la microstructure ; cela nécessite de porter beaucoup d'attention au nettoyage (utiliser absolument l'eau chaude). Par contre cette action apporte une vraie plus-value pour une observation pointue au MEB/EDS.

- Pour garder la planéité de l'échantillon (obligatoire pour l'analyse de la composition chimique par la microsonde de Castaing), ou pour préparer les petits échantillons, un « Accustop » (de la marque Struers) a été utilisé. L'échantillon a été fixé sur la platine soit avec une colle instantanée soit avec de la cire.
- Enfin, un polisseur ionique Gatan Pecs 2 a été utilisé pour obtenir le meilleur état de surface possible en vue des analyses MEB, EBSD.

Le microscope optique utilisé est un ZEISS Axioplan 2 Imaging équipé d'une caméra numérique Axiocom MRc5 et piloté par le logiciel Axiovision. Il permet de prendre des images optiques en champ clair, sombre, ou en lumière polarisée. Le champ clair est utilisé pour la majorité des images optiques, le champ sombre pour vérifier l'état de surface pendant le polissage, et la lumière polarisée permet à la fois de vérifier l'état de surface des échantillons avant l'EBSD et de prendre des images en variant l'angle de polarisation, ceci afin de choisir les orientations préférentielles dans la microstructure. Le microscope optique est également équipé d'un système d'acquisition en série des images optiques des grandes surfaces (mosaïques).

### 2.1. Microscopie électronique à balayage MEB

L'analyse des microstructures a été faite sur le microscope électronique à balayage (MEB) FEI Quanta 650 FEG. Le principe des mesures et la nature des signaux sont donnés **Figure 2-8**, qui montre la « poire d'interaction » rayons – matière [3]. Pour l'observation des structures dendritiques et précipités, c'est le détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE), qui permet une mise en évidence du contraste chimique, qui a été utilisé. Le détecteur d'électrons secondaires (SE), qui permet de révéler la topographie de la surface, lui été utilisé pour observer la microstructure après l'attaque chimique, pour étudier l'état de surface en général et les faciès de rupture en particulier. Avec une tension d'accélération de 20-23 kV et une taille de spot de 5 (le courant), le volume de la zone analysée est de l'ordre de  $1 \mu\text{m}^3$ , cela concerne les émissions des rayons X caractéristiques.



**Figure 2-8 :** Poire d'interaction rayons - matière et nature des signaux dans le MEB [3].

Sur les échantillons préparés par la voie classique, décrite précédemment, ce sont une tension d'accélération de 20-23 kV, une taille de spot de 5 (le courant) et une distance de travail (WD) de 10-12

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques

mm qui ont donné les meilleurs résultats, suite à l'énergie nécessaire pour exciter suffisamment les raies  $L\alpha$  et  $L\beta$  de Mo et Nb. Pour prendre les images des échantillons après la préparation d'OP-S la tension de 10 kV a été utilisée.

### 2.2. Spectrométrie par sélection d'énergie EDS / Analyse à la microsonde de Castaing EPMA

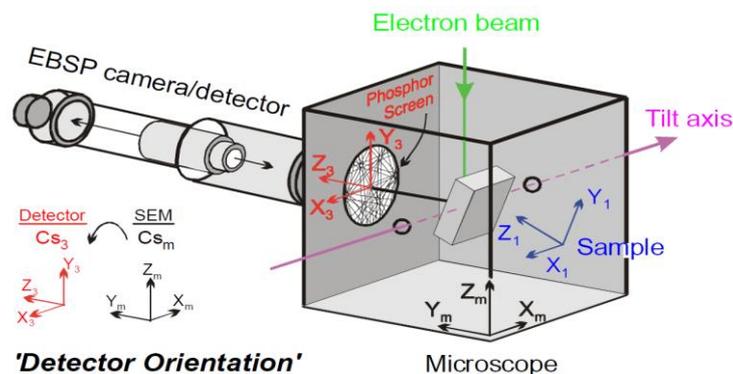
Pour étudier la composition chimique c'est la spectrométrie par sélection d'énergie (EDS), a été utilisée en regardant des spectres caractéristiques des rayons X. Cela consiste à analyser la composition chimique lors de pointés sur la microstructure, le long de lignes de profils, ou en analysant des surfaces par cartographies des éléments chimiques. Les spectres obtenus sont quantifiés à l'aide d'étalons PB-ZAF.

Les raies  $L\alpha$  de Nb et Mo sont très proches en terme d'énergie, ce qui pose un problème pour bien quantifier les spectres, d'où la nécessité d'une analyse à la microsonde de Castaing (EPMA), analyse basée sur la spectrométrie à dispersion de longueur d'onde (WDS). Pour ce travail, la microsonde utilisée est un appareil de type JEOL JXA 8530F. Le principe de la technique est d'utiliser un cristal monochromateur, qui est chargé de filtrer le faisceau incident polychromatique de photons X, afin d'en extraire le rayonnement caractéristique d'un élément de l'échantillon (basé sur la loi de Bragg). Il y a une longueur d'onde par élément, il faut donc un spectromètre à dispersion de longueur d'onde calibré pour chacun d'entre eux. La microsonde utilisée possède cinq spectromètres, ce qui implique de faire plusieurs tours d'analyse dès que le nombre d'éléments à doser est supérieur à cinq. De ce fait, la durée d'analyse d'une grille de points, par exemple, peut être importante. À noter que chaque monochromateur doit être étalonné par une référence pour chaque élément.

### 2.3. Diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD

La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) est une technique de caractérisation très puissante. Elle est de plus en plus utilisée (avec le progrès scientifique et technologique la vitesse d'acquisition de caméra EBSD devient plus rapide) pour caractériser les microstructures et leurs orientations, déterminer les tailles de grains et les tracés des joints de grains, identifier les phases, étudier les macro et microtextures, la solidification [5], la recristallisation et même pour caractériser l'état des contraintes résiduelles des matériaux.

Le principe de positionnement des repères de l'échantillon et du microscope sont donnés sur la **Figure 2-9**. Le principe de fonctionnement de l'EBSD est le suivant : le faisceau incident (primaire) d'électrons du canon FEG du MEB rencontre la surface de l'échantillon, qui est incliné d'un angle de  $73^\circ$  (Tilt) suivant l'axe Y du microscope. Après l'interaction élastique avec l'échantillon les électrons primaires diffractent, en respectant les conditions de diffraction de la loi de Bragg, ce qui donne une augmentation de l'intensité locale des électrons rétrodiffusés. Pour chaque plan cristallographique de la matière ces électrons forment deux cônes de diffraction. L'inclinaison de l'échantillon est nécessaire pour que les cônes de diffraction parviennent sur le détecteur EBSD, qui est muni d'un écran phosphorescent et d'une caméra faible lumière.

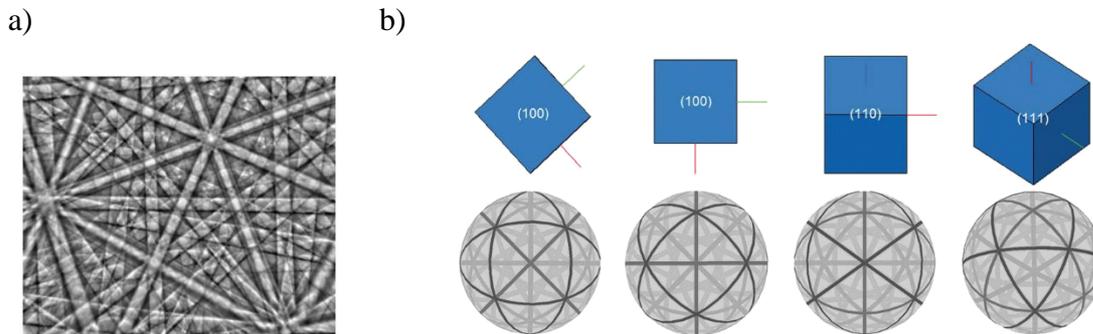


**Figure 2-9 :** Schéma de positionnement d'un échantillon dans l'enceinte MEB [6].

Dans le plan de caméra EBSD les deux cônes de diffraction des électrons rétrodiffusés forment les bandes de Kikuchi et l'ensemble s'appelle le diagramme de Kikuchi, ou pattern de diffraction. Un exemple de diagramme de Kikuchi d'un cristal cubique de  $ZrO_2$  [7] est donné **Figure 2-10 a**. L'écart angulaire entre

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques

les bandes correspondent à l'angle entre les plans cristallographiques, la largeur des bandes étant, elle, liée à la distance interréticulaire des plans. Les points d'intersection des bandes correspondent aux axes de zone des plans de structure. Connaissant la structure cristalline du matériau et les phases qu'il contient, il est possible de remonter à l'orientation de chaque grain. Les patterns de diffraction sphériques générés par la structure cubique [8] sont présentés sur la **Figure 2-10 b**.



**Figure 2-10 :** a) Exemple de diagramme de Kikuchi pour un cristal cubique ZrO<sub>2</sub> [7] ; b) Patterns de diffraction sphériques générés par la structure cubique [8].

Pour avoir une bonne qualité de cliché de diffraction la planéité de surface de l'échantillon doit être la meilleure possible, et le polissage doit donc être de très bonne qualité, révélant déjà à l'œil nu la microstructure, ce qui nécessite normalement une finition à l'OP-S de plusieurs dizaines de minutes. Les distances entre la surface de l'échantillon et la pièce polaire du MEB d'une part, et entre la surface de l'échantillon et la caméra EBSD d'autre part, doivent être les mêmes, en respectant la position du centre du pattern et la calibration de la caméra EBSD.

Ensuite le logiciel, dans notre cas HKL FastAcquisition, fait une simulation cinématique de pattern et, en prenant en compte les phases (dans notre cas c'est la phase gamma des superalliages base nickel), tente de relier avec la meilleure précision possible le pattern réel avec celui de la simulation, afin d'indexer les diagrammes de Kikuchi. En respectant le temps d'intégration par point et les autres paramètres (donnés ci-dessous), le faisceau balaye l'ensemble de la surface de l'échantillon pour obtenir à la fin une cartographie EBSD.

Les analyses de diffraction des électrons rétrodiffusés sont réalisées par l'intermédiaire du MEB FEI Quanta 650 FEG équipé d'une caméra EBSD Nordlys. Les données sont collectées à l'aide du logiciel HKL FastAcquisition. Pour traiter les cartographies EBSD, nous avons utilisé les logiciels HKL Channel 5 et ATEX de l'Université de Lorraine.

Paramètres utilisés pour l'acquisition des cartographies EBSD :

- Haute tension de 20 kV et taille de spot de 5 (le courant), distance de travail de 12 mm
- Temps d'intégration de 5 ms
- Gain 8
- Binning 4×4
- Nombre de réflecteurs : 60
- Résolution de Hough : 60
- Nombre de bandes : 6-7 (une phase).
- Pas d'analyse : celui-ci dépend des objectifs et de la taille représentative de la structure. Il se situe entre 0,4  $\mu\text{m}$  jusqu'à 3  $\mu\text{m}$ .

Pour les systèmes cristallins de haute symétrie il faut au minimum 5 bandes pour l'indexation. Au minimum 6 bandes ont été utilisées pour indexer une phase, en détectant les bords des bandes.

C'est une convention de Bunge, utilisant les angles d'Euler, qui a été utilisée dans ce travail pour caractériser par EBSD les dépôts. Chaque cartographie a été recalculée avec l'inclinaison de 70° de l'axe Y pour aligner le repère de l'échantillon sur le repère du MEB. Puis chaque cartographie a été nettoyée

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques

à l'aide du logiciel de traitement de données Tango de HKL Channel 5 par interpolation en augmentant progressivement le nombre de pixels voisins. Les figures de pôles ont été tracées à l'aide du logiciel Mambo de HKL Channel 5. Pour tracer les joints maclés l'angle d'écart de  $7,5^\circ$  par rapport à l'axe  $\langle 111 \rangle$  a été appliqué, sachant que la tolérance de Brandon égale à  $8,66^\circ$ .

Pour différencier les joints de grain de faible désorientation (sous-joint de grain) et les joints de grain classiques le critère utilisé est  $15^\circ$  de désorientation. En dessous de  $15^\circ$  le joint de grain est de faible désorientation. Au-dessous de  $15^\circ$  il est classique.

La texture des dépôts est caractérisée à l'aide des figures de pôle, le maximum de l'intensité de texture est caractérisé par le Multiple Uniform Density (MUD). La structure complètement aléatoire a le MUD égale à 1. Si c'est supérieur à 1, il y a une présence de la texture. MUD d'un monocristal égal à 700.

### 3. Traitements thermiques

Tous les traitements thermiques, y compris l'homogénéisation (**Tableau 2-6**), ont été effectués dans un four tubulaire sous balayage du gaz inerte (Argon). L'homogénéisation consiste en un traitement thermique haute température ( $1200^\circ\text{C}$ ) pour étudier la recristallisation statique, et le vieillissement a consisté en une chauffe à  $650^\circ\text{C}$  pendant un temps long (jusqu'à 408 h). A chaque fois, l'échantillon a été enfourné une fois la température stabilisée à la valeur visée pendant au moins 15 min. A la fin de chaque traitement thermique, tous les échantillons ont subi une trempe à l'eau, pour garder autant que possible la microstructure de haute température.

**Tableau 2-6 :** Traitement thermique d'homogénéisation.

Température, °C	Temps, h	
950	0,5	1
1000	0,5	1
1050	0,5	1
1100	0,5	1

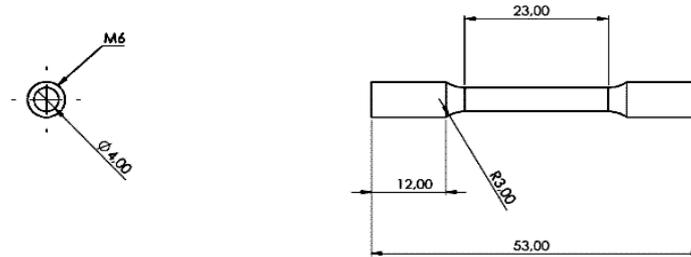
### 4. Microdureté

La microdureté de type Vickers a été utilisée pour avoir une idée des propriétés mécaniques des différents types de dépôt. C'est l'empreinte de type pyramide symétrique en diamant qui a été utilisée. Puis la moyenne des diagonales de pyramide a été calculée. Nous avons utilisé la charge de 0,5 kg avec le temps d'attente de 12 s entre les empreintes, en respectant aussi la distance critique de 3 diagonales entre les empreintes, pour éviter d'écrouir le matériau localement.

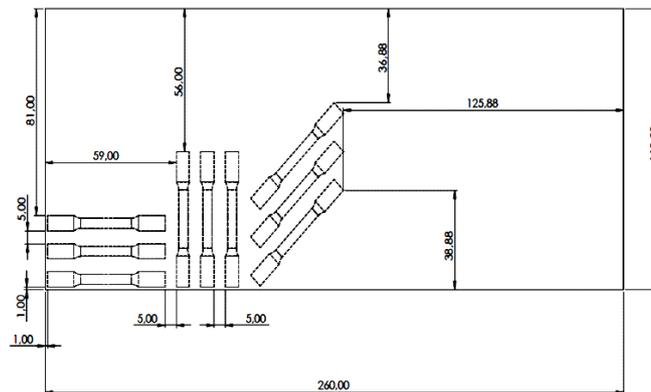
### 5. Essais de traction

Afin d'étudier plus profondément les propriétés mécaniques des dépôts, les essais de traction standardisés (ISO 6892-1 – B: 2016) ont été faits à température ambiante sur les éprouvettes cylindriques les plus grandes (**Figure 2-11 a**). La machine de traction/compression Zwick 1488 (force maximale de 250 kN) a été utilisée avec le contrôle de déformation par un extensomètre standard avec  $L_0 = 12,5$  mm (ISO 6892-1). Les éprouvettes ont été prélevées dans 3 directions : Parallèlement à la direction de construction des murs ( $\parallel\text{BD}$ ), perpendiculairement ( $\perp\text{BD}$ ), et à  $45^\circ$  (**Figure 2-11 b**), sauf pour le mur hybride qui ne présente pas de direction perpendiculaire à BD (pas de  $\perp\text{BD}$ ). Pour l'In625 conventionnel il a été réalisé trois éprouvettes dans le sens de la barre.

a)



b)



**Figure 2-11 :** a) Dimensions de l'éprouvette plate d'un essai de traction ; b) Position des éprouvettes dans le mur Laser/Fil et Laser/Poudre.

Trois éprouvettes ont été testées dans chaque cas, sauf pour le mur Arc/Fil pour lequel il n'a été réalisé qu'une seule éprouvette, perpendiculaire à BD.

## 6. Modélisation : Thermo-Calc, Ansys Fluent

### 6.1. Thermo-Calc

Des calculs ont été réalisés dans Thermo-Calc pour simuler la solidification en fabrication additive ou en soudage dans les cas les plus simples. Les vitesses de refroidissement pendant les procédés de fabrication additive de cette étude sont élevées, et par conséquent le deuxième cas de solidification, qui prend en compte la diffusion totale dans la phase liquide et la diffusion limitée du soluté dans la phase solide est le plus proche du cas réel. Ce cas est décrit par l'équation de Scheil-Gulliver.

Le module de Scheil a été utilisé avec la base de données TTNI8.

### 6.2. Ansys Fluent

En ce qui concerne la simulation de la thermique dans le cas de dépôt Arc/Fil et en raison de la complexité relative du dépôt de chaleur (oscillation de l'arc + pulsation de l'arc), une simulation thermique préliminaire a été réalisée afin d'aider à comprendre le champ thermique (le chauffage et le refroidissement) de l'échantillon.

Pour des raisons de simplicité, la phase liquide, ainsi que la convection dans le liquide ont été négligées et aucune simulation de l'insertion du fil dans le bain de fusion, ni de la convexité du bain de fusion n'a été entreprise. Une simple conduction thermique par le substrat sur la surface inférieure a été ajoutée en première tentative. La simulation thermique a été menée avec le logiciel ANSYS Fluent 2019 - Finite Volume Method (FVM) en utilisant le module thermique transitoire 3D et le solveur APDL. L'équation directrice à résoudre est la suivante :

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} - k \left( \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) = \sum_{l=1}^q g_l(x, y, z, t), (x, y, z) \in \Omega, t > 0 \quad (1)$$

$g_l$  est un terme-source, que décrit une source de chaleur gaussienne pour simuler un arc électrique. L'intensité de l'arc pulsé, liée à la trajectoire de l'électrode, est exprimée comme suit :

$$I(x, y, z) = \frac{3P}{\pi R^2} \exp\left(-3 \frac{(x-x_c)^2 + (y-y_c)^2}{R^2}\right) \quad (2)$$

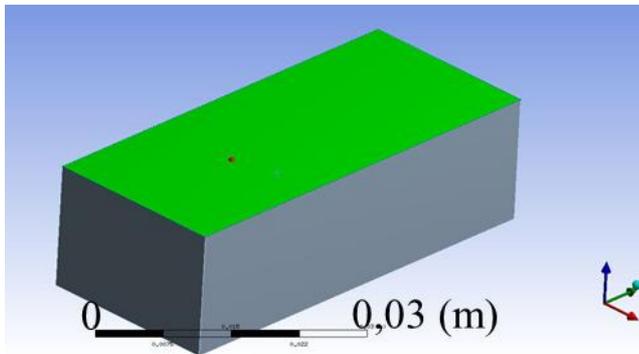
où  $P = P_0 \times (\sin(44t) + 1)$  est l'intensité de l'arc (avec le rendement de source de 100%),  $R = 5$  mm est le rayon du foyer de l'arc, et  $(x_c, y_c)$  la position centrale de l'arc. Le terme  $(\sin(44t) + 1)$  a été validé pour le procédé arc pulsé pour avoir la fréquence des pulsations de 7 Hz. La trajectoire de la torche a été approximée par une fonction sinusoïdale pulsée et peut être déterminée comme suit :

$$\begin{cases} y_c = y_0 + V_{torch} \times t \\ x_c = x_0 + 0,007 \times \sin(2,417t) \end{cases} \quad (3)$$

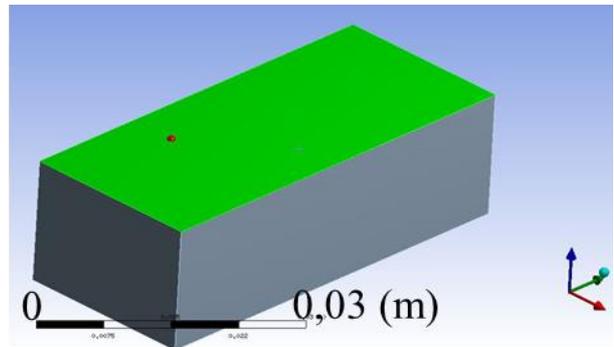
La vitesse longitudinale (direction  $y$ ) est constante de 2,33 mm/s et la vitesse dans la direction transversale du mur ( $x$ ) est en oscillation sinusoïdale approximée pour respecter le chemin du créneau de torche.

Le domaine de simulation était de  $50 \times 22 \times 15$  mm<sup>3</sup> (Figure 2-12). Sur 5 faces du domaine métallique ont été appliqués : l'échange convectif avec l'air c'est de 20 W/m<sup>2</sup>K, l'émissivité de rayonnement est 0,2. La conduction vers le substrat métallique a été appliquée sur la 6ème face avec un coefficient thermique de 800 W/m<sup>2</sup>K. Concernant le matériau In625 les propriétés thermophysiques suivantes ont été appliquées : les courbes de la masse volumique, conductivité thermique, la capacité thermique en fonction de la température, avec la chaleur latente de solidification. Le domaine de simulation a été maillé plus finement sur la surface supérieure et plus grossière en bas de domaine pour gagner le temps de calculs. La résolution temporel lors des calculs de 0,01 s a été appliquée.

a)



b)



**Figure 2-12 :** Domaine de simulation avec la position des sondes dans la section : a) Au milieu ; b) En quart.

## 7. Références

- [1] Zhang X, Wang K, Zhou Q, Ding J, Ganguly S, Marzio G, Yang D, Xu X, Dirisu P and Williams S W 2019 Microstructure and mechanical properties of TOP-TIG-wire and arc additive manufactured super duplex stainless steel (ER2594) *Materials Science and Engineering: A* **762** 138097
- [2] Schneider-Maunoury C, Weiss L, Acquier P, Boisselier D and Laheurte P 2017 Functionally graded Ti6Al4V-Mo alloy manufactured with DED-CLAD® process *Additive Manufacturing* **17** 55–66

## Chapitre 2. Techniques expérimentales et numériques

- [3] Maurice F 1979 *Microscopie électronique à balayage et microanalyses* (Livre Les éditions de Physique 560 pages) 97–133
- [4] Dumontet N 2019 *Etude de l'alliage de titane TA6V obtenu par fabrication additive: microstructure, élasticité et contraintes résiduelles* (Thèse de doctorat Université de Toulouse France)
- [5] Guévenoux C, Hallais S, Charles A, Charkaluk E and Constantinescu A 2020 Influence of interlayer dwell time on the microstructure of Inconel 718 Laser Cladded components *Optics & Laser Technology* **128** 106218
- [6] Oxford Instruments *HKL Channel 5*
- [7] <https://www.ebsd.com/ebsd-explained/pattern-formation> Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Pattern Formation
- [8] <https://www.ebsd.com/ebsd-explained/interpreting-the-diffraction-pattern> Interpreting the Diffraction Pattern

## **Chapitre 3. Formation des structures**

1. Formation des structures dans le procédé Arc/Fil .....	55
1.1. Macrostructure .....	55
1.2. Microstructures.....	57
1.3. Origine des zones équiaxes .....	72
2. Formation des structures dans le procédé Laser/Fil .....	77
2.1. Macrostructure .....	77
2.2. Microstructure .....	79
3. Formation des structures dans le procédé Laser/Poudre .....	84
3.1. Macrostructure .....	84
3.2. Microstructure .....	86
4. Comparaison des procédés .....	92
5. Conclusion.....	95
6. Références .....	96

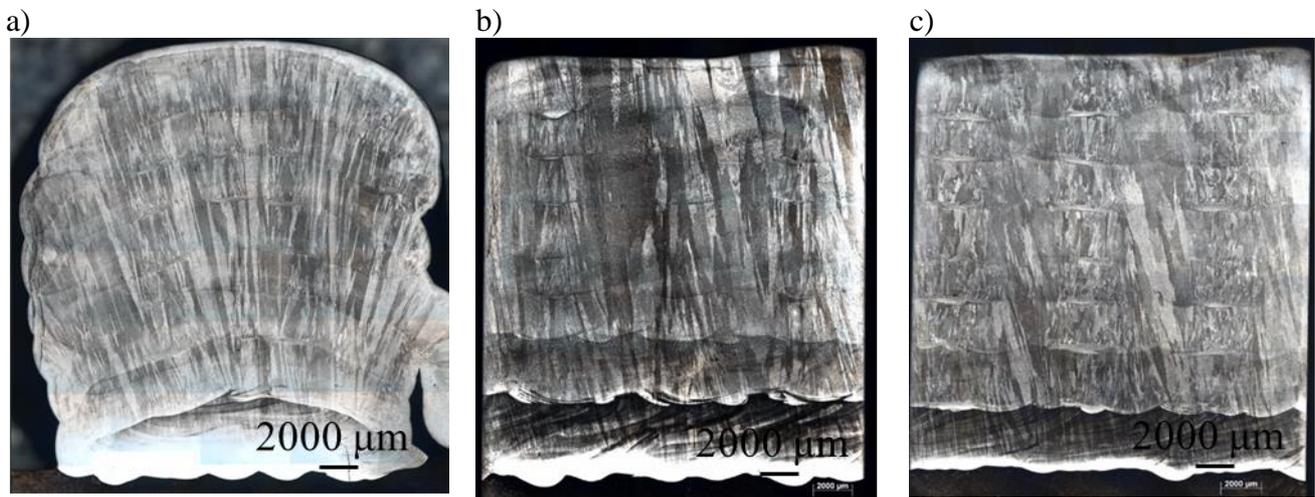
## Chapitre 3. Formation des structures

Dans ce chapitre la formation des structures de solidification dans les procédés Arc/Fil, Laser/Fil et Laser/Poudre sera abordée. Nous décrivons dans l'ordre le procédé Arc/Fil puis Laser/Fil et Laser/Poudre. Pour chaque procédé nous décrivons les structures macroscopiques puis microscopiques avant de proposer les mécanismes de formation avec un point particulier sur la formation des zones équiaxes lorsqu'elles existent. Une dernière partie sera consacrée à la comparaison des procédés.

### 1. Formation des structures dans le procédé Arc/Fil

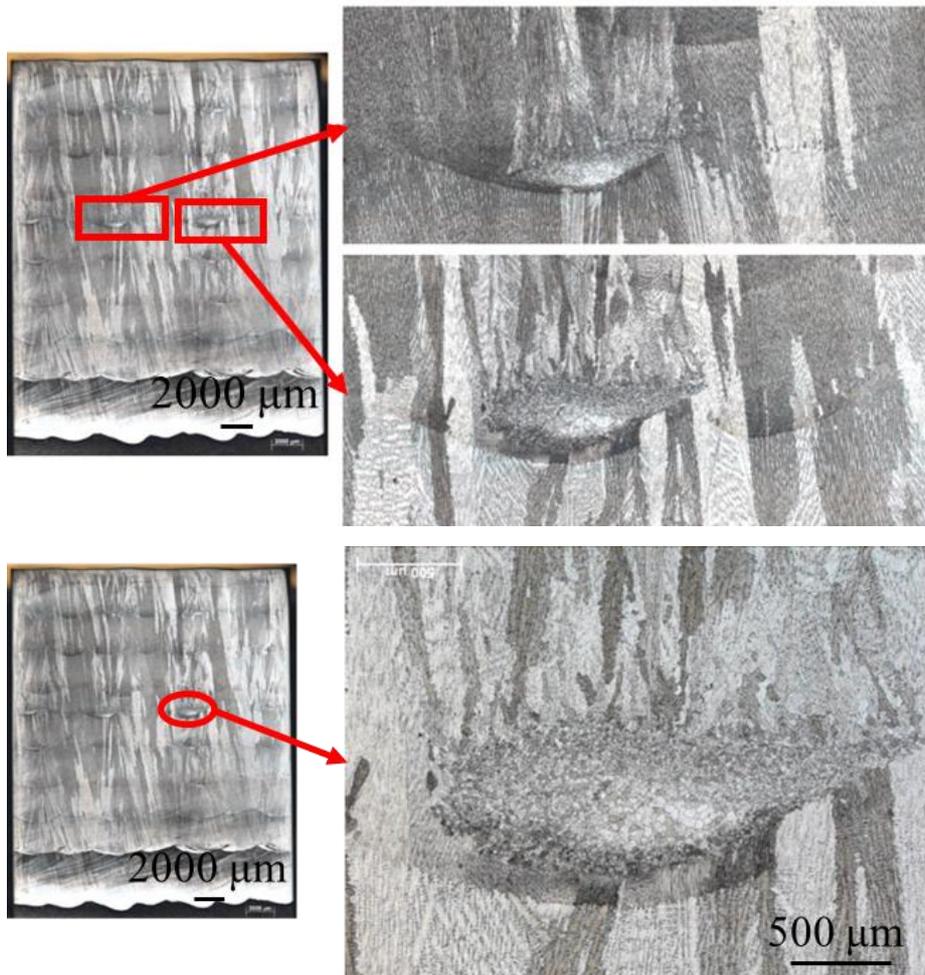
#### 1.1. Macrostructure

Les macrostructures longitudinales et transversales caractéristiques de dépôt Arc/Fil sont présentées sur la **Figure 3-1** (microscopie optique). On observe une croissance colonnaire à travers plusieurs couches déposées avec de gros grains dendritiques ( $200\ \mu\text{m}$  de largeur –  $1000\ \mu\text{m}$  de hauteur) ainsi que la présence de zones de grains équiaxes de  $1,5\ \text{mm}$  par  $0,5\ \text{mm}$  (taille des grains moyenne de  $10\ \mu\text{m}$ ). Les zones équiaxes sont situées en bas de chaque couche déposée de façon périodique (**Figure 3-1 c**). Elles bloquent la croissance colonnaire dendritique et 'cassent' la texture de solidification.



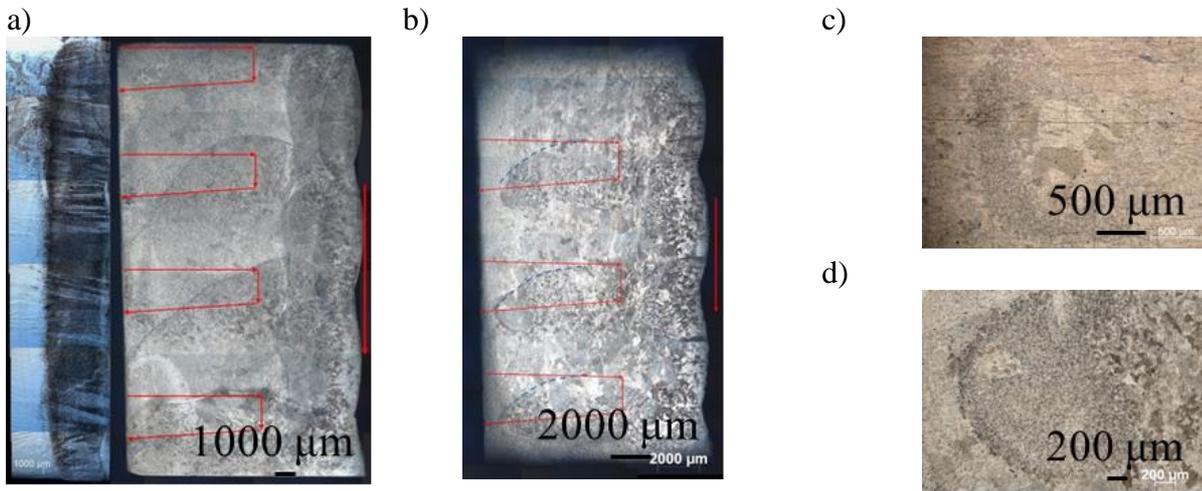
**Figure 3-1 :** Macrostructure de procédé Arc/Fil : a) Coupe transversale ; b) Coupe longitudinale à la demi-largeur ; c) Coupe longitudinale au quart de largeur (l'échelle est la même pour les 3 macrographies).

Une observation locale des interfaces du mur en coupe longitudinale en demi-épaisseur est présentée sur la **Figure 3-2**. On observe que les zones équiaxes fines (ZEF) n'arrivent pas dans chaque cordon déposé, indiquant que la microstructure locale est très sensible à la position ou la torche passe. Également on remarque une couche transitoire entre la ZEF et la zone affectée thermiquement (ZAT) présentant des grains dendritiques colonnaires en épitaxie de la couche déposée précédemment. Une différence de taille de grains équiaxes au sein de la ZEF est aussi observée.



**Figure 3-2 :** Détails de la macrostructure issue du procédé Arc/Fil (coupe longitudinale à la demi-largeur).

Si l'on s'intéresse à la coupe normale à la direction de construction du mur, **Figure 3-3**, on peut corréler le passage de la torche (ligne rouge) et de la structure avec les interfaces entre couches. La coupe **Figure 3-3 a** se situe légèrement au-dessus des ZEF. En revanche, la coupe **Figure 3-3 b** se situe dans le plan des ZEF, et on peut remarquer les interfaces, avec un affinement visible de la structure. Un zoom sur la ZEF (**Figure 3-3 c**) montre le caractère hémisphérique de la ZEF. La taille de grain n'est pas homogène dans ces zones équiaxes, qui présentent des endroits à grains très grossiers.



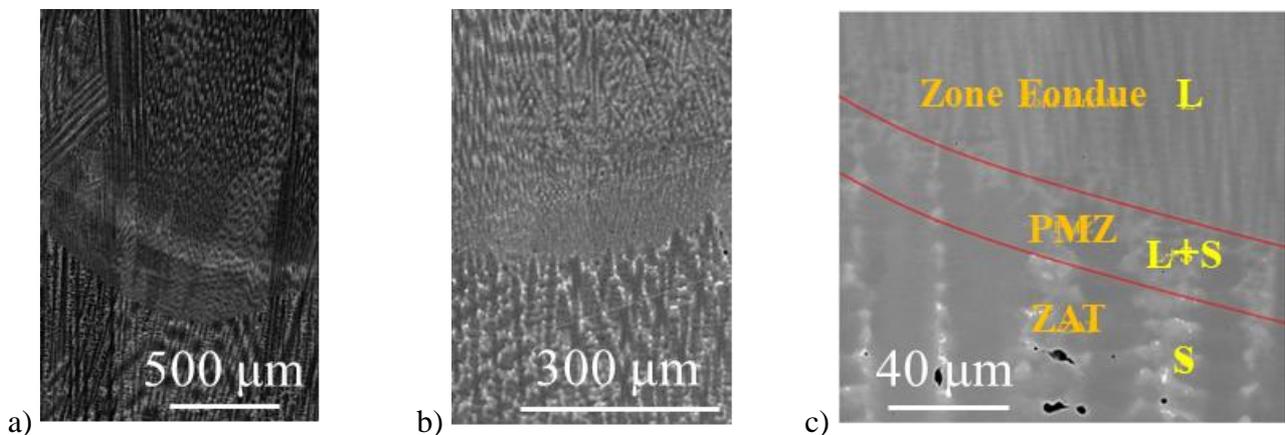
**Figure 3-3 :** Structure de procédé Arc/Fil en coupe normale à la direction de construction du mur : a) Coupe au-dessus des ZEF ; b) Coupe dans le plan des ZEF ; c) Zoom d'une ZEF ; d) Zoom au-dessus d'une ZEF.

## 1.2. Microstructures

### 1.2.1. Microstructures colonnaires

Cette microstructure majoritaire s'établit suite à la refusion de la couche précédente. Il n'est pas facile avec ce procédé de mettre en évidence la ZAT. Il n'y a pas de changement visible dans la microstructure dans la couche précédente, en dessous de la ligne de fusion (**Figure 3-4 a, b**), en particulier on n'observe pas de changement notable de PDAS ou SDAS, ni de transformations de phase à l'état solide ou de coalescence de précipités interdendritiques. On observe localement néanmoins quelques phénomènes de liquation en dessous de l'isotherme « solidus » (**Figure 3-4 c**). Concernant la Zone fondue, les micrographies (**Figure 3-4 b et c**) marquent la refusion de bras secondaires (avec possible fragmentation) au niveau des pointes dendritiques et l'absence de précipités interdendritiques. Les espaces interdendritiques fondent en premier, en sens inverse de l'établissement de la solidification/microségrégation.

En avant du front de refusion (vers le haut de la **Figure 3-4 c**), on distingue une zone de solidification de type cellulaire caractérisée par une très faible intensité de ségrégation.

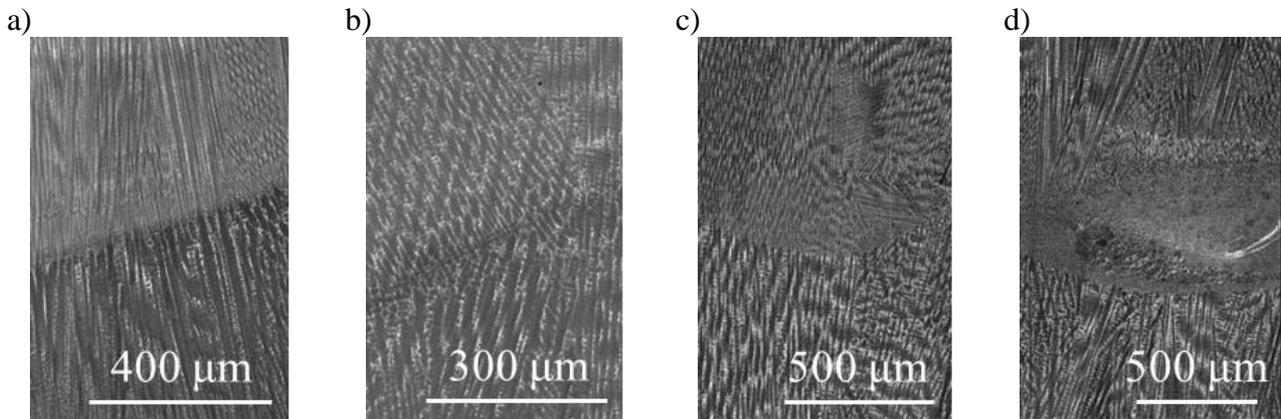


**Figure 3-4 :** Morphologie caractéristique de la zone de refusion en croissance colonnaire : a) croissance épitaxiale colonnaire avec les petites changements de la microségrégation ; b) la refusion des bras dendritiques secondaires avec la fragmentation des dendrites plus haut ; c) la refusion des bras secondaires et liquation possible en dessous de l'isotherme « solidus ».

## Chapitre 3. Formation des structures

Suite à la refusion on peut distinguer trois types d'interfaces et croissances entre les couches déposées :

- 1) Croissance colonnaire dendritique épitaxiale (cas classique) (**Figure 3-5 a**) ;
- 2) Croissance colonnaire/colonnaire, mais avec changement d'orientation (**Figure 3-5 b**) ;
- 3) Croissance colonnaire perturbée « partiellement » (**Figure 3-5 c**) ou totalement (**Figure 3-5 d**) par des grains équiaxes (des agrandissements seront présentés par la suite).



**Figure 3-5 :** Microstructure dendritique en BSE : a) Croissance colonnaire dendritique épitaxiale (cas classique) ; b) Croissance colonnaire dendritique épitaxiale avec changement d'orientation ; c) Croissance colonnaire dendritique épitaxiale avec une présence des grains parasites ; d) Croissance colonnaire dendritique, bloquée par les petits grains équiaxes.

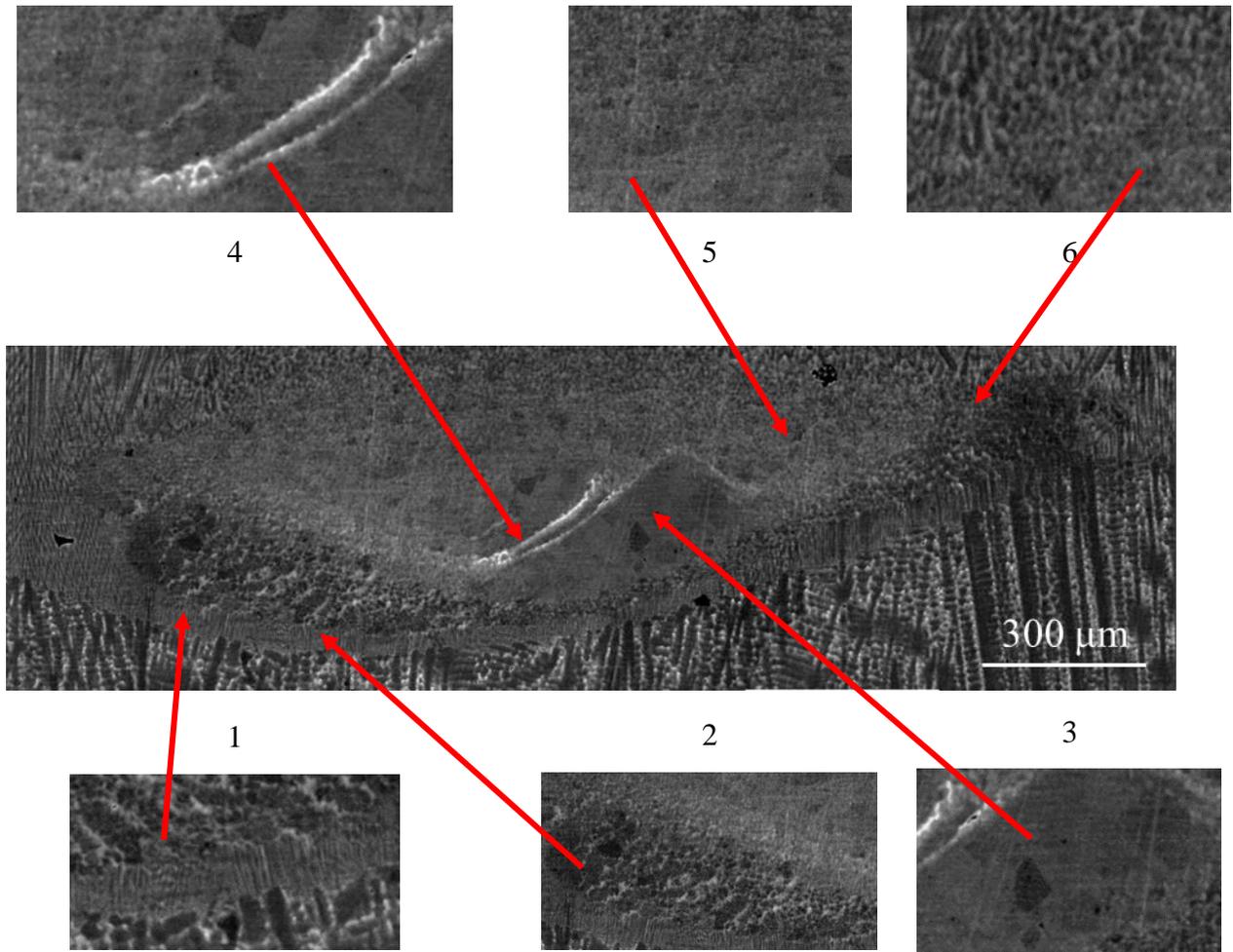
### 1.2.2. Microstructures équiaxes

Les zones équiaxes se retrouvent périodiquement, toujours positionnées en bas de bain liquide et avec une morphologie générale semblable. A l'intérieur de ces zones, la même évolution microstructurale est observée présentant plusieurs régimes transitoires, un gradient de taille de grains et une mésoségrégation en « W ».

Plusieurs zones de microstructures différentes sont ainsi identifiées que nous allons détailler pour appréhender les mécanismes de leur formation (**Figure 3-6**).

En partant du bas de la micrographie on distingue ainsi :

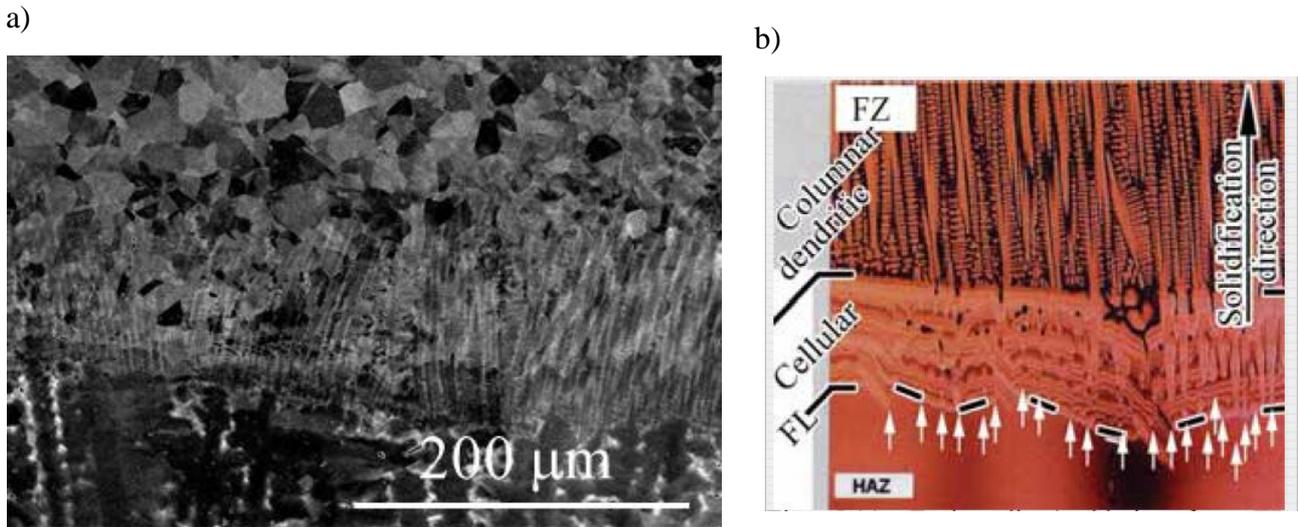
- 1) Zone cellulaire
- 2) Zone avec des grains globulaires
- 3) Zone avec des grains équiaxes non-dendritiques
- 4) Zone de la mésoségrégation
- 5) Zone dendritique équiaxe
- 6) Zone dendritique colonnaire



**Figure 3-6 :** Sous-structure caractéristique d'une zone équiaxe fine et les différentes zones la constituant.

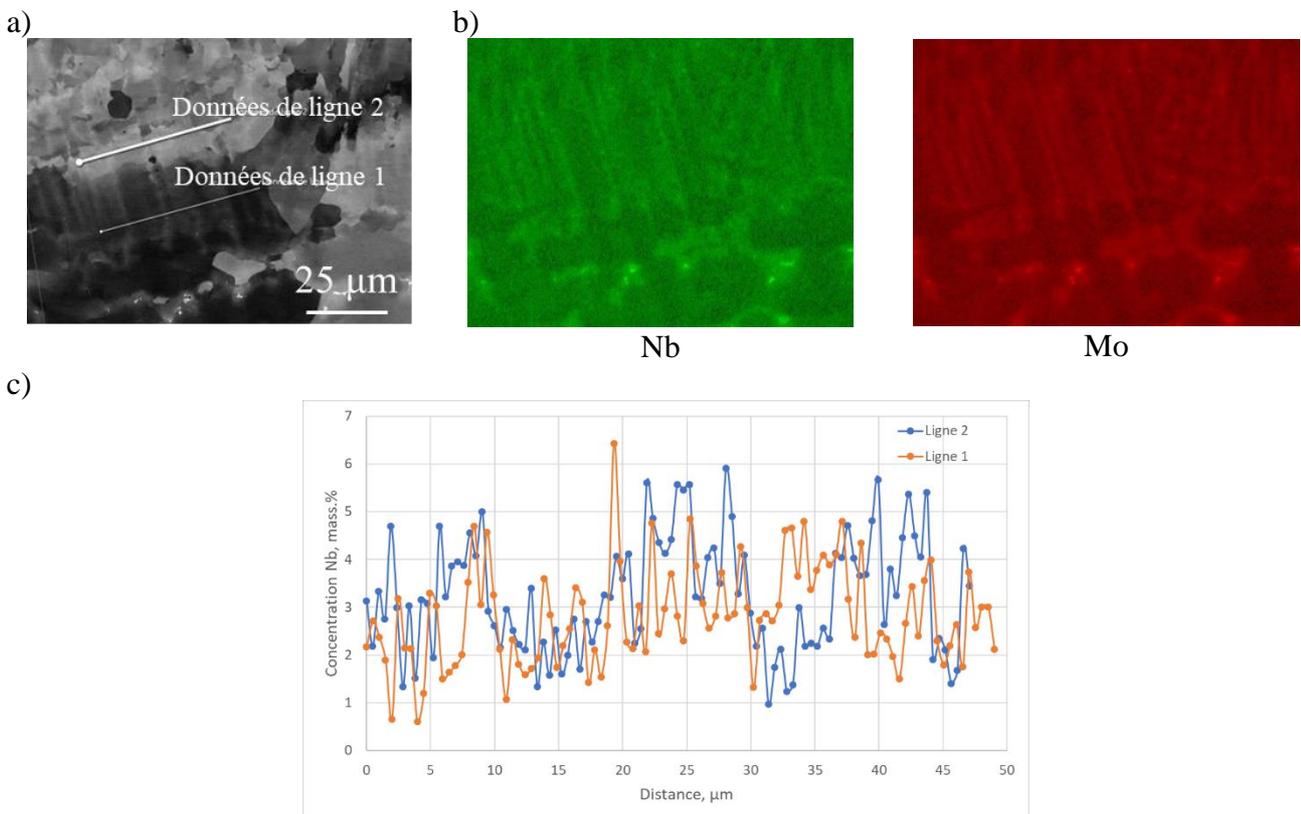
1) Zone de croissance cellulaire

En pied de fusion, on trouve cette couche présentant une structure cellulaire très fine. Son épaisseur peut aller jusqu'à 100  $\mu\text{m}$ . Elle a été attribuée par certains auteurs à une couche « stagnante » de non mélange des liquides (liquide refondu/liquide d'apport) [1]. Cette structure cellulaire fine (**Figure 3-7**) est le signe d'une croissance à vitesse lente (fin de fusion/début de resolidification) en présence d'un gradient élevé (l'espacement intercellulaire compris entre 3 et 5  $\mu\text{m}$ , indique une valeur de gradient thermique de l'ordre de  $10^7$  K/m estimée, en utilisant les corrélations PDAS-GV, où la vitesse est prise en tenant compte de l'angle de croissance par rapport à la vitesse de balayage).



**Figure 3-7 :** a) Microstructure caractéristique de la zone cellulaire en fond de cordon ; b) Comparaison avec la zone cellulaire observée sur un superalliage [1].

Les cartographies EDS réalisées sur cette zone et les deux profils de composition en Nb (**Figure 3-8**) indiquent une microségrégation importante de Nb et Mo avec une moyenne de composition de Nb suivant les profils de 2,82 wt.% pour la ligne 1 et une augmentation à 3,25 wt.% pour la ligne 2. Cela signifie un léger appauvrissement en soluté près de la ligne de fusion. On remarque aussi que la ligne 2 garde les traces de la microségrégation dendritique avant sa refusion (avec un espacement primaire de 15-18 μm approx.) tendant à démontrer l'existence de cette zone stagnante.

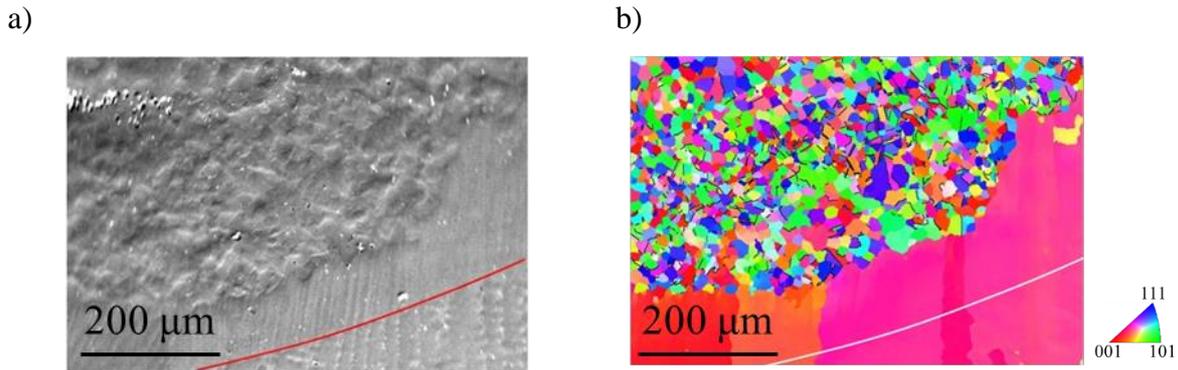


**Figure 3-8 :** a) Microstructure de la zone cellulaire ; b) Cartographie EDS ; c) Profil en Nb.

La cartographie d'orientation représentée sur la **Figure 3-9** montre une totale épitaxie de la zone cellulaire avec la couche déposée précédemment : une probabilité de germination des nouveaux grains

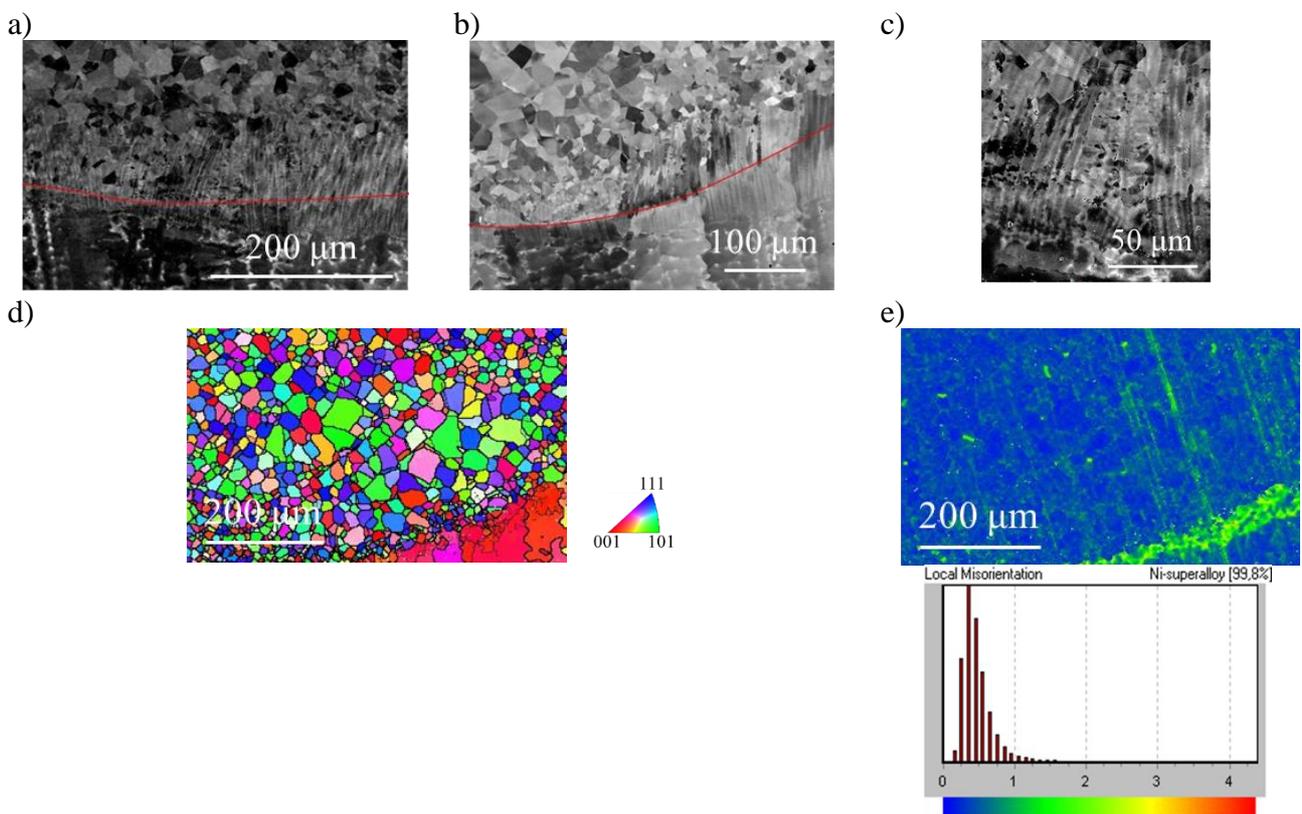
### Chapitre 3. Formation des structures

plus faible à l'interface et un gradient thermique suffisamment élevé peuvent rendre compte de cette croissance malgré une vitesse d'interface  $S / L$  faible.



**Figure 3-9 :** Cartographie d'orientation de la zone cellulaire : on note l'épitaxie totale avec la couche de substrat : a) Image MEB en SE ; b) Carte EBSD en IPF-BD.

Le contraste BSE, suite au polissage OP-S, permet de révéler le contraste cristallin des grains : on observe après une première zone de croissance purement cellulaire délimitée par une ligne de front (ligne rouge sur la **Figure 3-10 a et b**) l'apparition de grains/sous grains superposés au contraste cellulaire (**Figure 3-10 c**). La carte de désorientation, obtenue par EBSD (**Figure 3-10 d**), montre une localisation forte de la désorientation (contraste vert accentué), pouvant être relié à une zone de contraintes résiduelles élevée au contact du front de refusion [2]. Juste au-dessus on entre dans la zone équiaxe globulaire et la contrainte locale de cette zone est très fortement diminuée. Ceci plaide en faveur d'un mécanisme de recristallisation local.



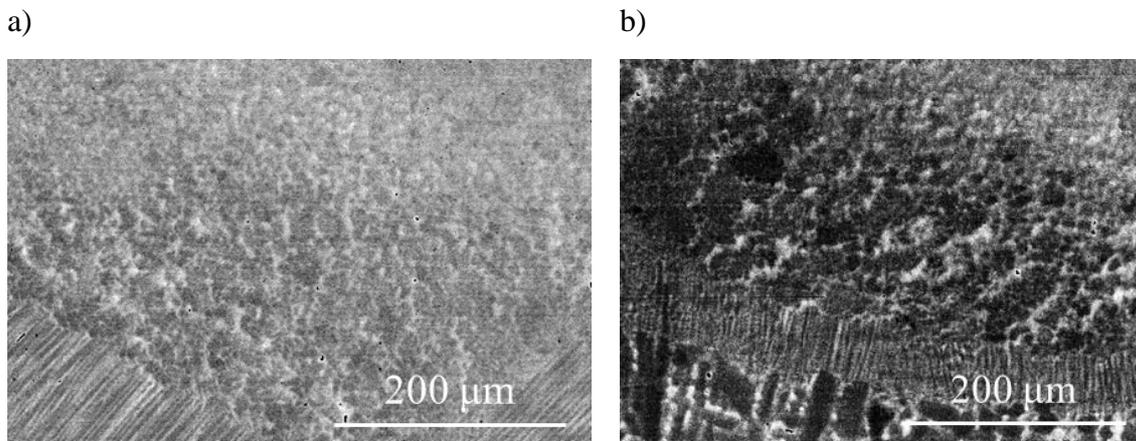
**Figure 3-10 :** Début de recristallisation dans la zone cellulaire : a) et b) Au-dessus de la ligne rouge ; c) Détail de la recristallisation ; d) Cartographie EBSD d'orientation ; e) Cartographie de contraste de désorientation indiquant les zones de fortes contraintes.

### Chapitre 3. Formation des structures

#### 2) Zone de grains globulaires

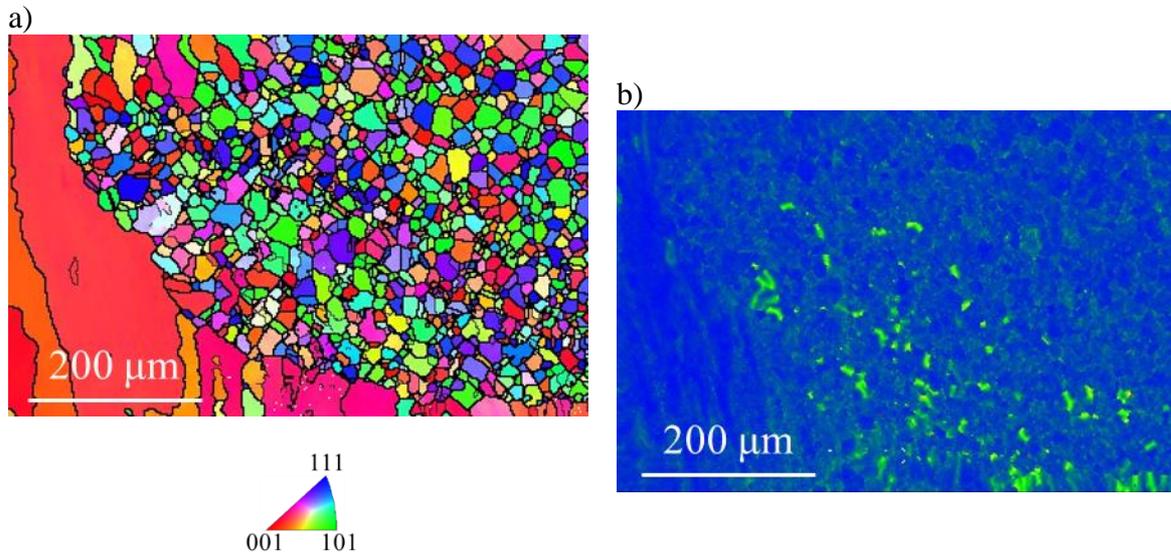
Cette zone existe des deux côtés de la zone équiaxe. Sa largeur n'est pas constante.

Après attaque chimique, cette zone présente les mêmes contrastes que la zone cellulaire et dendritique avant refusion (**Figure 3-11 a**). On voit sur les images MEB en BSE des traces de microségrégation « diffus » de Nb et Mo et de faible amplitude (**Figure 3-11 b**). Ces traces de ségrégation forment des sortes de « canaux ségrégés » orientés vers le centre du bain dont la largeur est comparable aux espaces interdendritiques du métal de base. On trouve également des précipités très fins ( $\leq 1 \mu\text{m}$ ) riches en Nb et Mo et des particules riches en Ti dans cette zone. Il y a toujours des traces de microségrégation, avec une composition proche de  $kC_0$  du solide ( $C_{\text{Nb}}$  min de 2,06 wt.%). Par ailleurs, la composition moyenne de Nb, mesurée par pointés à la microsonde de Castaing dans cette zone indique une valeur égale à 3,15 wt.%, inférieure à la composition  $C_0$  du liquide. Ces différentes observations iraient dans le sens d'un mécanisme de cisaillement et déplacement par l'écoulement du bain local, d'un ensemble de bras primaire de la structure colonnaire suite à sa refusion.



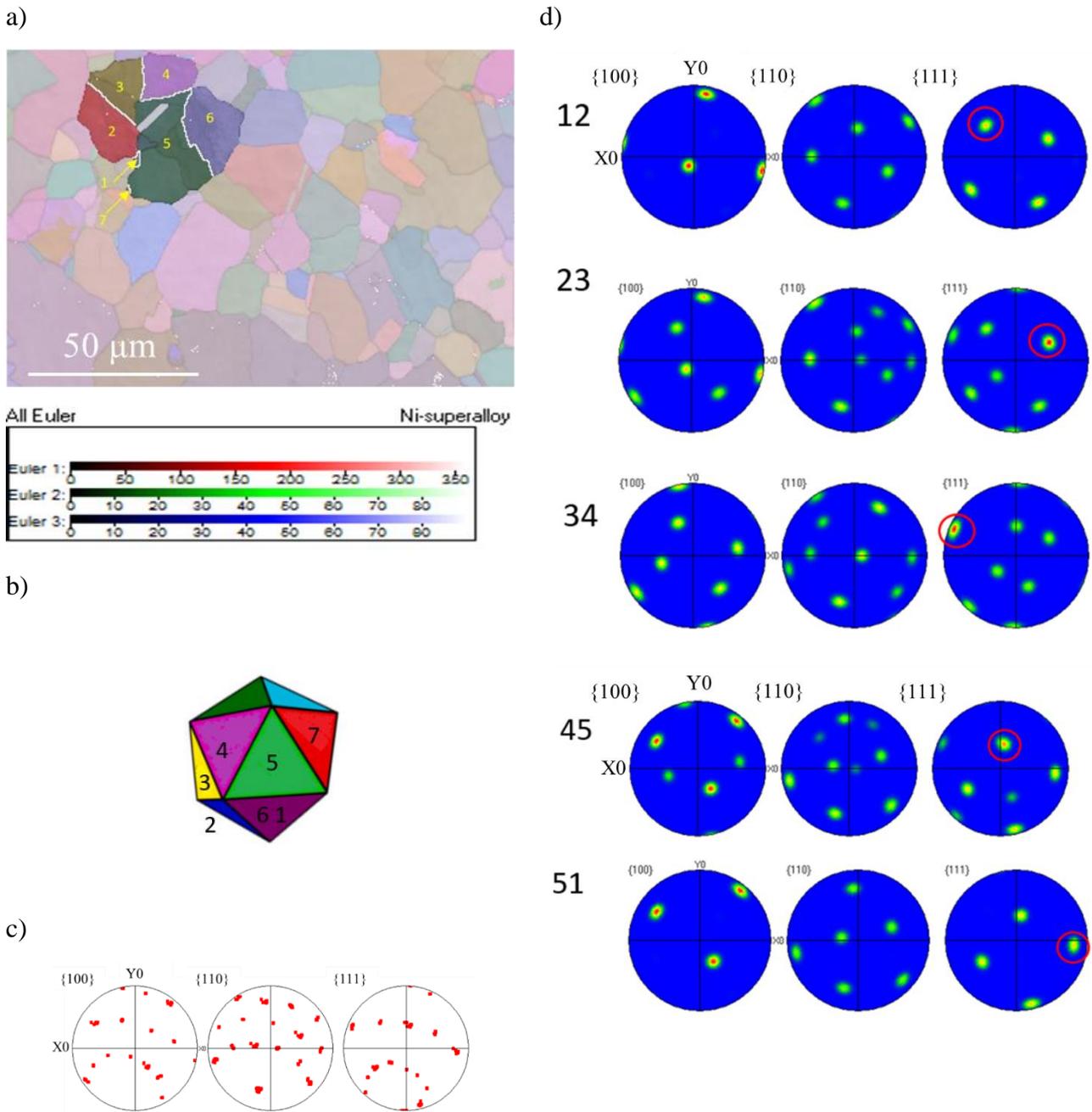
**Figure 3-11:** Microstructure MEB en contraste BSE de la zone de grains globulaires avec les « canaux ségrégés » orientés vers le centre de la poche équiaxe.

Le mécanisme de refusion du tissu dendritique pour autant n'explique pas la très forte germination observée dans cette zone : la cartographie EBSD (**Figure 3-12 a**) confirme la présence de petits grains équiaxes (taille de grain moyenne de  $8,6 \mu\text{m}$ ) et une fraction de joints maclés de 22 %. Ces grains ne présentent pas de traces de structures dendritiques. La présence des sous-grains attestée par le contraste de la carte de désorientation locale de l'EBS ( **Figure 3-12 b**) peut traduire une origine fragmentaire de ces grains globulaires. Le faible contraste de désorientation de cette zone peut faire penser également à un mécanisme de recristallisation.



**Figure 3-12 :** a) Cartographie EBSD de la poche équiaxe, qui présente au centre la zone de grains globulaires ; b) Carte de désorientation locale de cette zone.

Des axes de symétrie d'ordre 5 de type  $\langle 110 \rangle$  peuvent également être observés dans cette zone en particulier dans la partie située dans la dernière couche déposée, qui n'a pas subi de post-traitement thermique par les couches suivantes. Un mécanisme de nucléation hétérogène assisté par un ordre icosaédrique à courte distance (ISRO) est donc également possible (**Figure 3-13**).



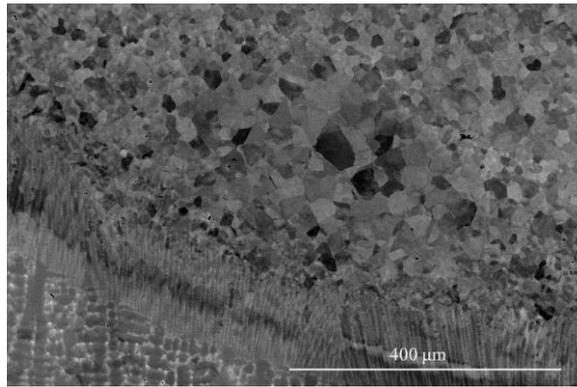
**Figure 3-13 :** a) Cartographie EBSD Euler de la zone de grains globulaires, ayant un axe de symétrie d'ordre 5 de type  $\langle 110 \rangle$  ; b) Orientation de l'icosaèdre, aligné suivant l'axe  $\langle 110 \rangle$  ; c) Figure de pôle des grains, formant un axe pentagonal ; d) Figure de pôle entre les grains respectifs.

### 3) Zone de grains équiaxes non-dendritiques

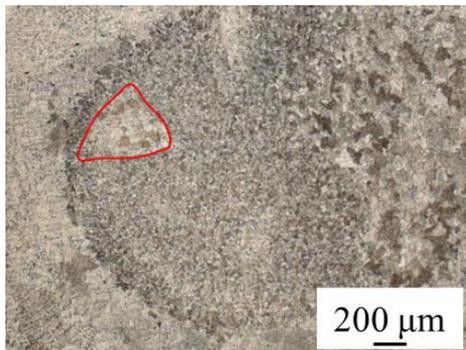
Cette zone triangulaire délimitée de part et d'autre par une mésoségrégation est située au centre de la poche équiaxe (**Figure 3-14 a, c**). Elle consiste en gros grains  $\gamma$  austénitiques (taille moyenne des grains entre 30 et 40 μm). Elle contient des particules riches en Ti (inclusions), mais très peu de précipités riches en Nb ou Mo. Cette zone est toujours associée à une bande ségrégée. Les pointés à la microsonde de Castaing de cette zone montre l'absence quasi totale de **microségrégation** et sa composition moyenne (3,45 wt.% de Nb) est très proche de  $C_0$  (3,51 wt.% de Nb). Sur l'image optique, d'une coupe horizontale (**Figure 3-14 b**), on remarque que cette zone à gros grains se forme sur le front d'avancement de la zone équiaxe sphérique. La cartographie EBSD (**Figure 3-14 d, e**) de cette zone révèle des grains équiaxes avec deux distributions en taille. Les plus petits contiennent une teneur importante de joints maclés, contrairement aux plus grands.

## Chapitre 3. Formation des structures

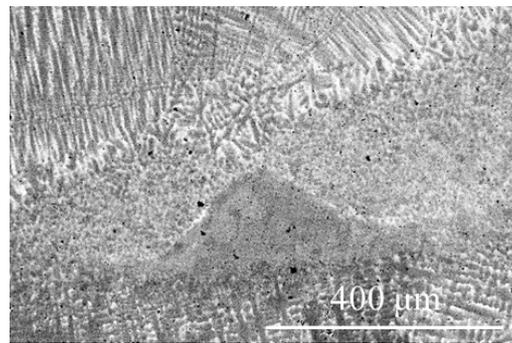
a)



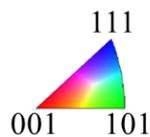
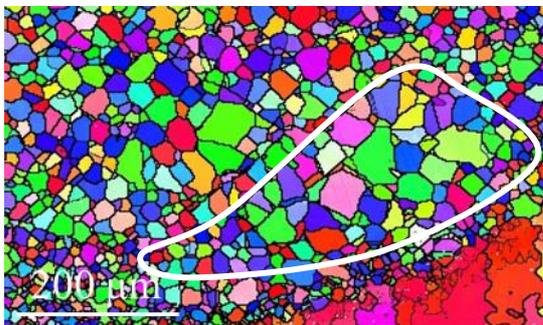
b)



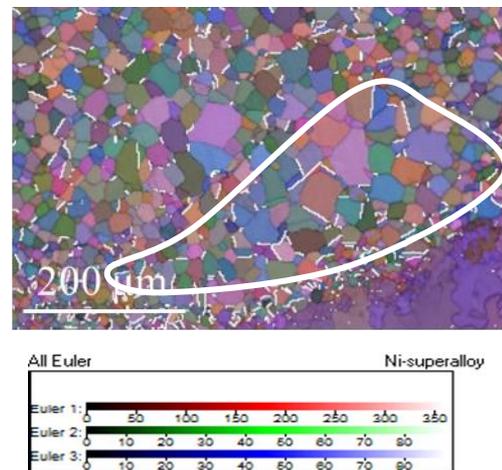
c)



d)



e)



**Figure 3-14 :** Cartographie EBSD de la zone aux gros grains équiaxes (la zone marquée est la même sur plusieurs images) au sein de la poche équiaxe : a) image MEB en BSE ; b) vue dessus sur la zone équiaxe ; c) image MEB en BSE d'une autre zone ; d) Carte EBSD en IPF-BD ; e) Carte EBSD Euler avec les joints de macles.

Plusieurs hypothèses pourraient rendre compte de la formation de cette zone particulière :

- i) Transport de **grains du fil** « non fondus » sous l'effet d'un écoulement Marangoni qui ramènerait les grains du fil, dans cette zone très proche de l'interface et faisant partie de la couche limite avec une trempe des grains dans la zone stagnante. Les éléments appuyant cette hypothèse sont l'absence de microségrégation (aucune structure dendritique observée), une

### Chapitre 3. Formation des structures

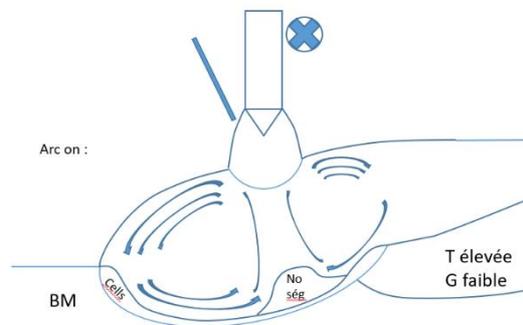
composition moyenne de  $C_0$ , une taille des grains très proche de celle du fil (**taille de grains dans le fil égale à 15,5  $\mu\text{m}$  en moyenne**).

- ii) Transport de **fragments de bras dendritiques** : hypothèse moins probable, car dans ce cas la composition moyenne de cette zone serait proche de  $kC_0$ , ce qui n'est pas le cas.
- iii) Freinage important de l'**interface S/L** dans un gradient thermique très important, conduisant à une croissance plane avec construction d'une zone ségrégée en avant du front, puis recristallisation de cette zone.

#### 4) Zone de mésoségrégation

La mésoségrégation sépare la zone équiaxe non dendritique précédente du reste de la zone équiaxe. Elle se présente systématiquement de façon non symétrique, beaucoup plus prononcée d'un côté du bain liquide. Cette non-symétrie peut s'expliquer par l'effet de la thermique sur l'écoulement dans le bain. La partie de gauche du bain se situe dans la partie plus froide que la partie de droite (**Figure 3-15**). Les écoulements de Marangoni sont plus intenses, si le gradient de température est plus important (**Figure 3-15 b**).

a)



b)



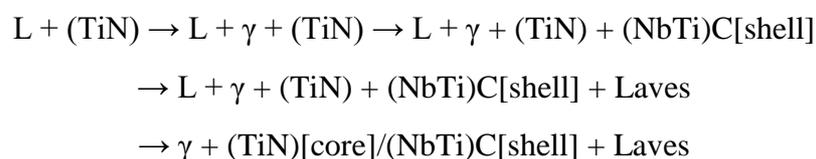
c)

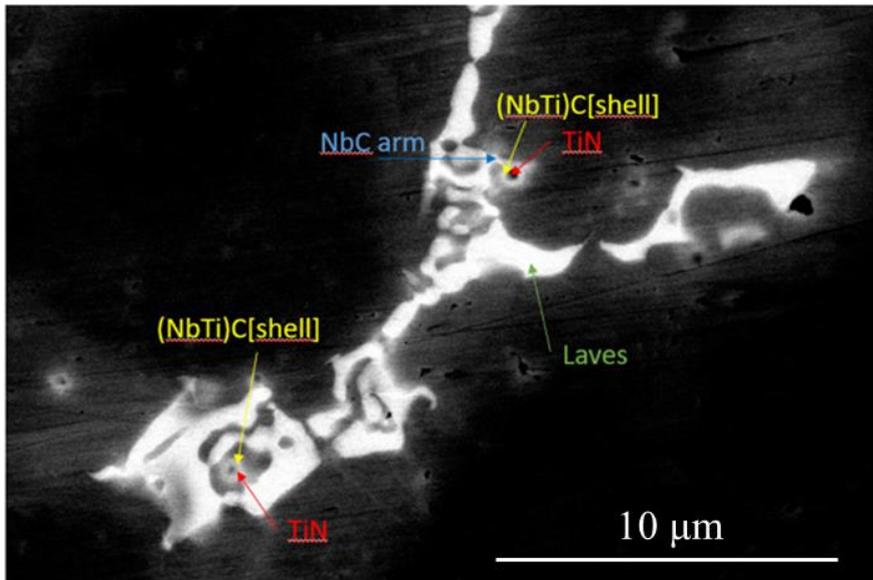


**Figure 3-15 :** a) Vue schématique de l'écoulement dans le bain liquide lors de la pulsation ; b) Morphologie de la zone de mésoségrégation ; c) Zoom sur la mésoségrégation.

La morphologie de la zone ségrégée est à rapprocher des mouvements de convection existants dans le bain. Il est probable qu'elle résulte de la solidification d'un liquide enrichi en élément d'alliage suite au lavage des zones interdendritiques de la zone équiaxe globulaire.

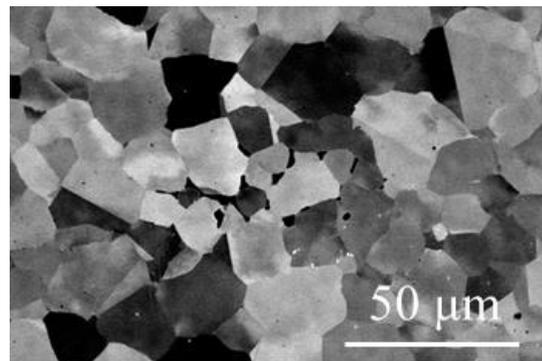
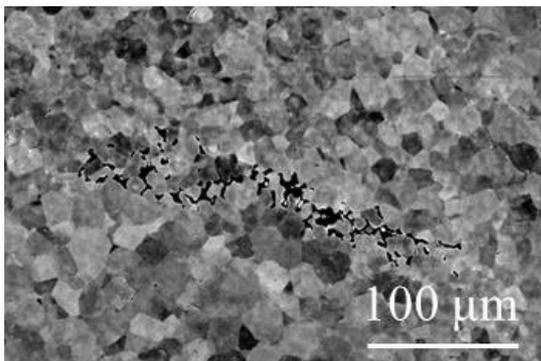
La zone ségrégée est constituée de grains gamma équiaxe parsemés de particules riches en Ti (de type TiN ou TiC) (**Figure 3-16**) de températures de fusion très élevées (supérieures à 3000K) qui servent comme un nuclei hétérogène pour la phases (NbTi)C, qui forment la coque (shell) sur les précipités non-fondues. Puis les carbures de type NbC (arm) et en fin de la solidification les phases de Laves qui se forment aux basses températures et consomment le reste du liquide ségrégé. Ces différentes phases suivent le chemin de solidification proposé par Silva et al. [3] :





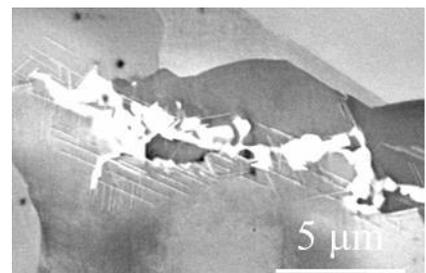
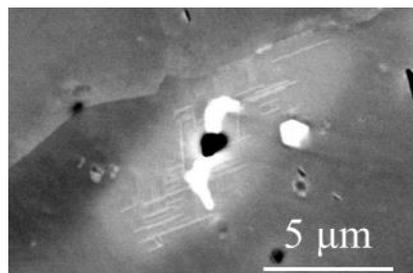
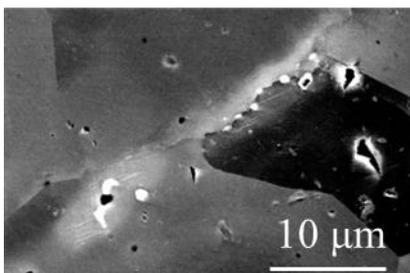
**Figure 3-16 :** Image MEB en BSE montrant les phases présentes dans la mésoségrégation au sein de la poche équiaxe du procédé Arc/Fil.

Ces zones ségréguées sont le siège de retassures/fissures (**Figure 3-17**), décorées majoritairement par des phases NbC et Laves confirmant que cette zone se solidifie en dernier et subit le retrait de fin de solidification.



**Figure 3-17 :** Exemple des fissures existant dans la zone ségréguée de la zone équiaxe, contenant comme phases majoritaires le carbure NbC et des phases de Laves.

Dans cette zone ségréguée, il est possible d'observer la précipitation de la phase  $\delta$  (**Figure 3-18**) (l'apparition de cette phase nécessite normalement un traitement thermique de haute température de longue durée. On peut imaginer que les conditions de solidification rapide et l'amplification de la ségrégation à cet endroit rend la précipitation de cette phase possible pour des temps plus courts).



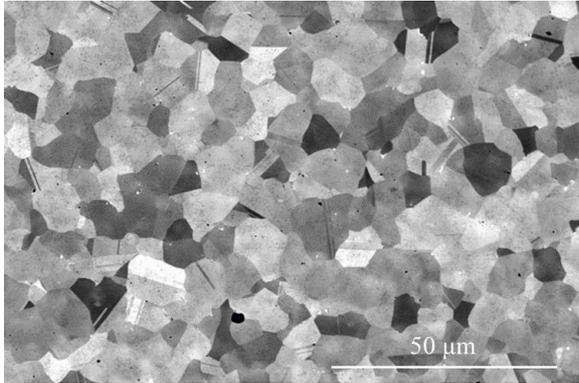
**Figure 3-18 :** Précipitation de la phase  $\delta$  au cœur de la zone ségréguée.

### Chapitre 3. Formation des structures

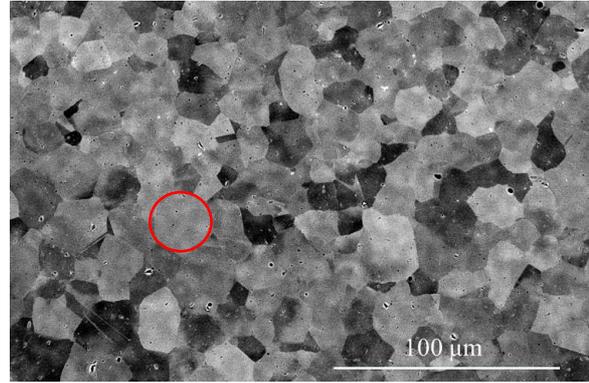
#### 5) Zone dendritique équiaxe

Cette zone possède la taille de grains la plus petite (taille de grain moyenne de  $8,8 \mu\text{m}$  ; forte densité des macles), témoignant d'une forte germination. Les petits grains dendritiques contiennent des précipités riches en Ti ( $\text{TiC}$  et  $\text{TiN}$ ) et en Nb et Mo ( $(\text{Nb},\text{Mo})\text{C}$  ; Laves) aussi bien dans les joints de grains qu'à l'intérieur des grains (**Figure 3-19 a**). On observe également le contraste dendritique de ces grains (cercle rouge sur la **Figure 3-19 b** souligne un grain avec des bras de dendrite ; zone avec les traces de microségrégation dendritique (cercle blanc) sur l'image optique **Figure 3-19 c**).

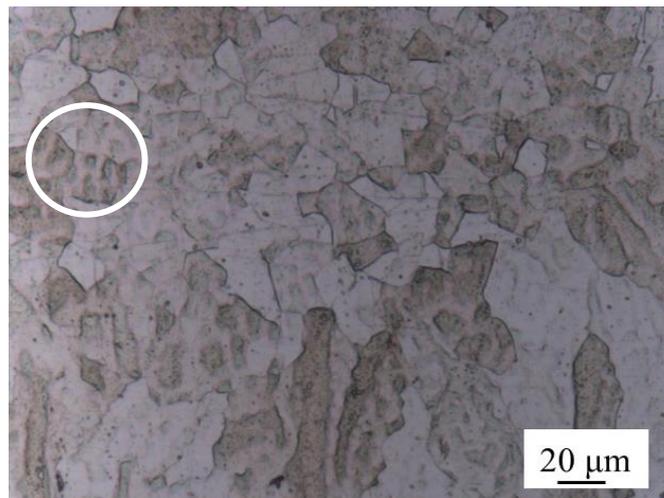
a)



b)

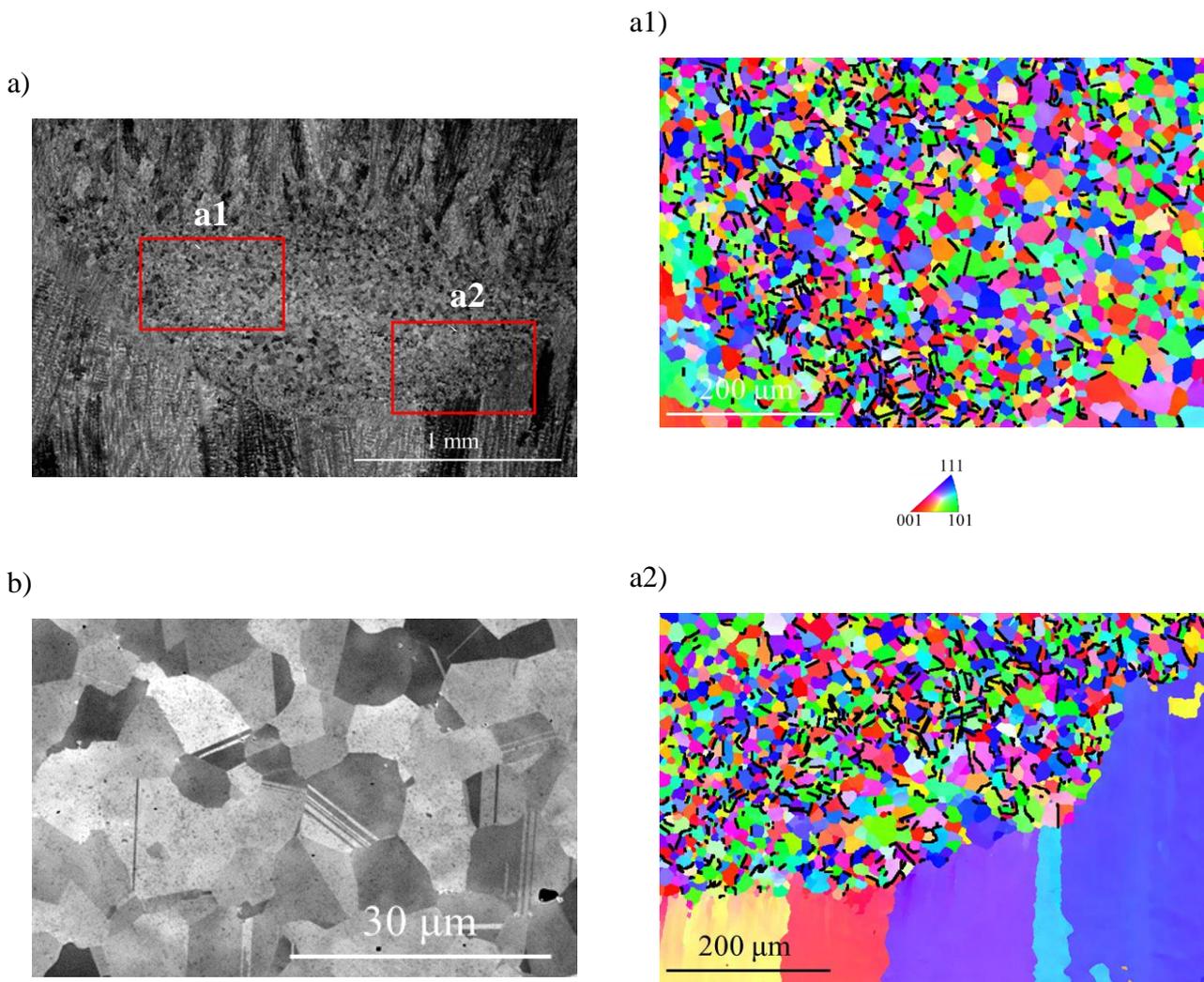


c)



**Figure 3-19 :** a) Image MEB en BSE, qui montre l'existence des précipités aux joints des grains et à l'intérieur des grains équiaxes dendritiques ; b) Image MEB en BSE, montrant les traces de la microségrégation dendritique ; c) Image optique, qui montre les traces de la microségrégation dans la zone équiaxe dendritique.

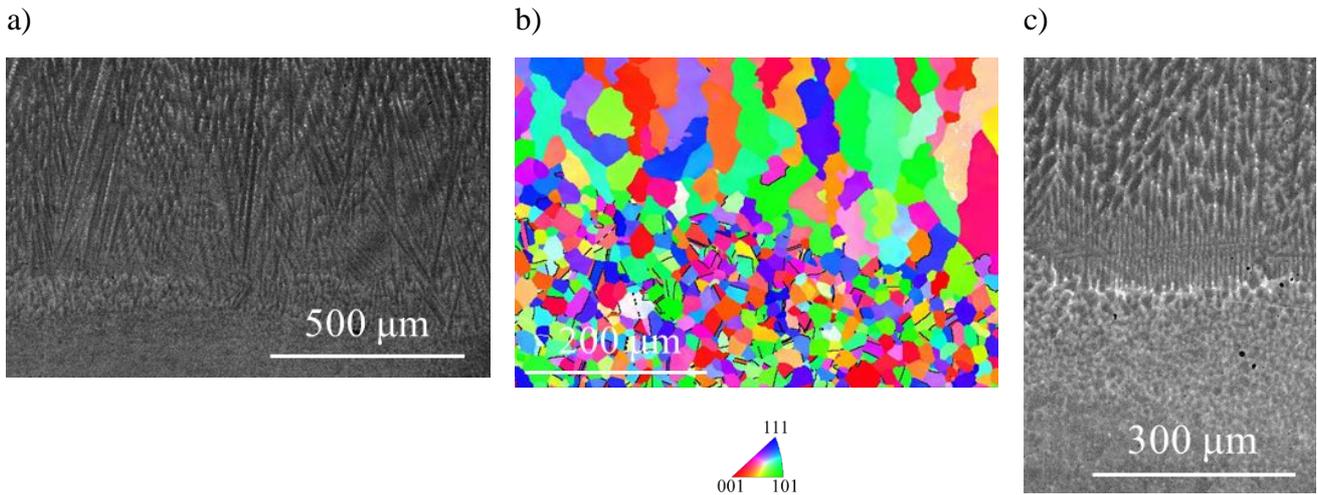
Cette zone est délimitée par la couche de ségrégation. On retrouve aussi dans cette couche ségrégée une proportion de joints maclés plus importante qui semble suivre le sens d'écoulement du liquide (**Figure 3-20**). L'image MEB en BSE nous montre les joints des grains maclés et aussi plusieurs macles de recuit à l'intérieur des grains. Dans les joints de grains ainsi qu'à l'intérieur des grains on retrouve les précipités complexes : le noyau en Ti ( $\text{TiC}$  et  $\text{TiN}$ ) et la croûte en Nb et Mo ( $(\text{Nb},\text{Mo})\text{C}$  et parfois les phases de Laves. Il semble que ces précipités sont à l'origine des macles et des joints maclés. Cela est plutôt en accord avec la germination par l'ISRO. Une autre hypothèse est possible : peut-être que les précipités, notamment des carbonitrides, qui ont la structure maclée [4,5] peuvent germer les grains avec les joints de macles. Les grains équiaxes possèdent un faible contraste de microségrégation, ce que confirme leur origine.



**Figure 3-20 :** a) Image MEB en BSE de la zone équiaxe, montrant la position des clichés EBSD ; a1) Carte EBSD en IPF-BD avec l'alignement des joints de macles ; a2) Carte EBSD en IPF-BD avec l'alignement des joints de macles ; b) Zoom sur alignement de joints de maclés résultant avec nombreux macles de recuit.

#### 6) Transition équiaxe-colonnaire

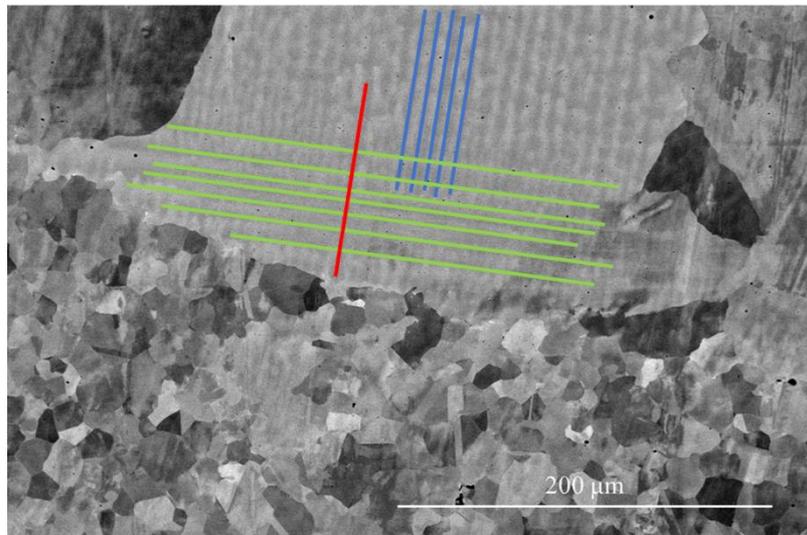
La zone équiaxe fine se termine par une transition de type équiaxe/colonnaire. Les grains équiaxes s'orientent progressivement dans la direction du gradient en opérant des mécanismes de sélection avec diminution du nombre de grains jusqu'au nouveau régime permanent (**Figure 3-21**). On observe à cet endroit une bande légèrement ségréguée confirmant l'accélération de l'interface S/L, quand l'arc électrique s'éloigne de cette zone, favorisant la croissance dendritique classique, qui n'est pas perturbé par les pulsations. Les orientations multiples de croissance dendritique traduisent une certaine surfusion constitutionnelle dans cette zone et des gradients thermiques divergeant.



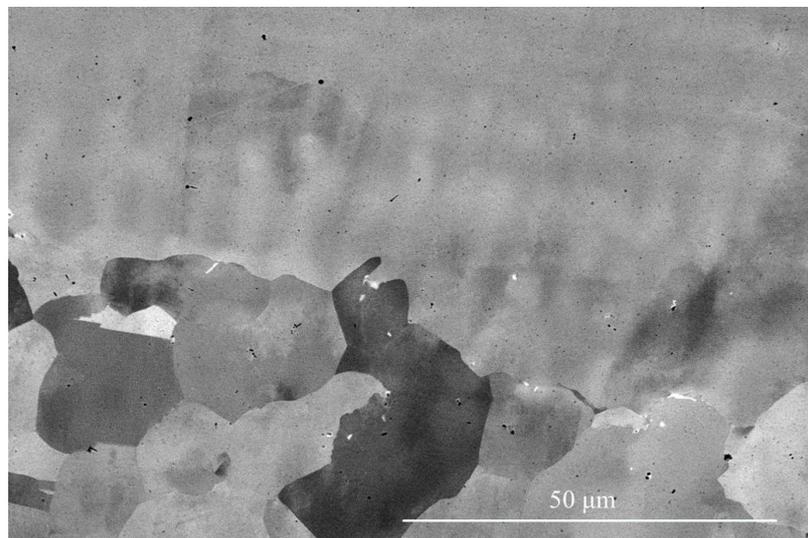
**Figure 3-21 :** a) Images MEB en BSE de la transition équiaxe colonnaire classique épitaxiale ; b) Cartographie EBSD de cette transition ; c) Image MEB de la transition équiaxe colonnaire non-épitaixiale.

On retrouve également des cas de croissance non-épitaixiale : des énormes grains dendritiques colonnaires couvrent et bloquent parfois littéralement la zone équiaxe fine. Sur les images en BSE (**Figure 3-22**) dans la partie inférieure de chaque gros grain, on peut distinguer un bras dendritique primaire, qui couvre entièrement la zone équiaxe sans respecter de relation d'orientation avec les petits grains de cette zone. Les bras secondaires de ce grain sont orientés suivant le gradient thermique et sont sélectionnés pour continuer la croissance colonnaire normale (**Figure 3-22 a**). On remarque clairement par ailleurs dans l'analyse de ces gros grains, les deux régimes de croissance : hyper rapide caractérisée par des espacements interdendritiques très faibles puis rapidement déstabilisation des bras secondaires vers une distance inter dendritique plus élevée, traduisant un régime de croissance plus lent. On imagine que la recalescence se produise avec le changement de la direction de croissance préférentielle. Ligne rouge (se forme en 1<sup>er</sup>), ensuite les verts (l'espacement moyen de 5,6 μm), après cela les bleus (l'espacement moyen de 6,4 μm). Le soluté a été piégée entre le gros grain colonnaire et les grains équiaxes (**Figure 3-22 b**).

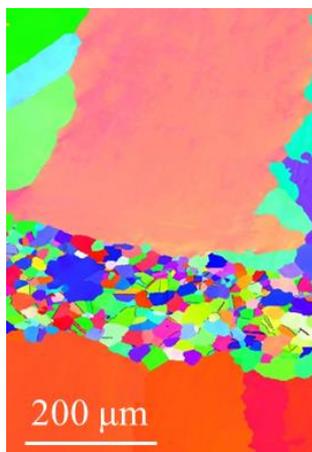
a)



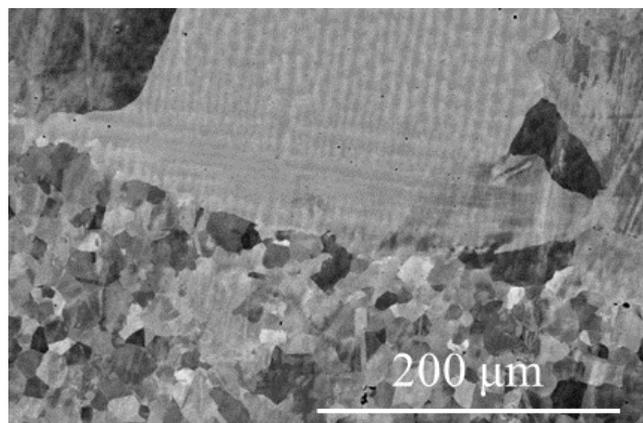
b)



c)



d)



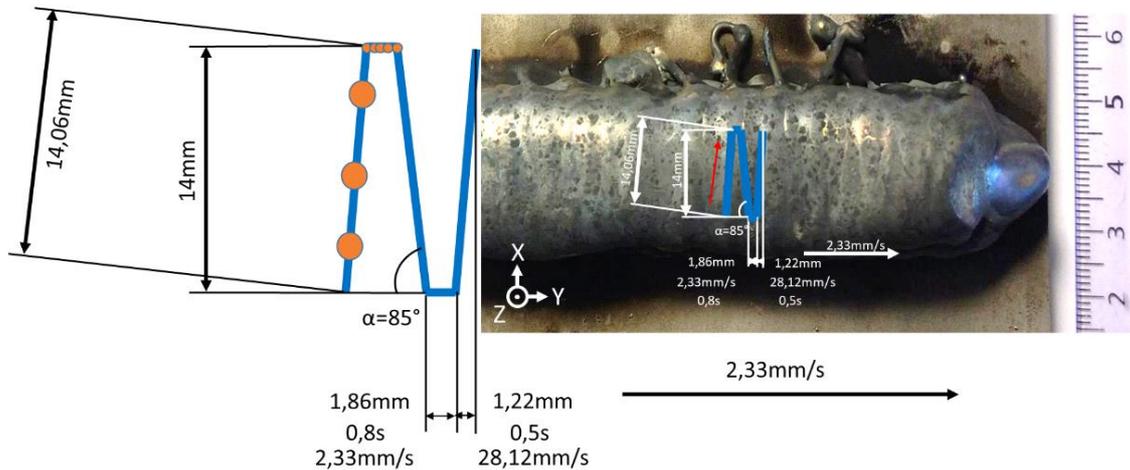
**Figure 3-22 :** a) Transition équiaxe colonnaire en absence d'épitaxie, avec les stades de la croissance ; b) Zoom sur la transition ; c) Carte EBSD de cette transition ; d) Même image de cette transition.

## Chapitre 3. Formation des structures

### 1.3. Origine des zones équiaxes

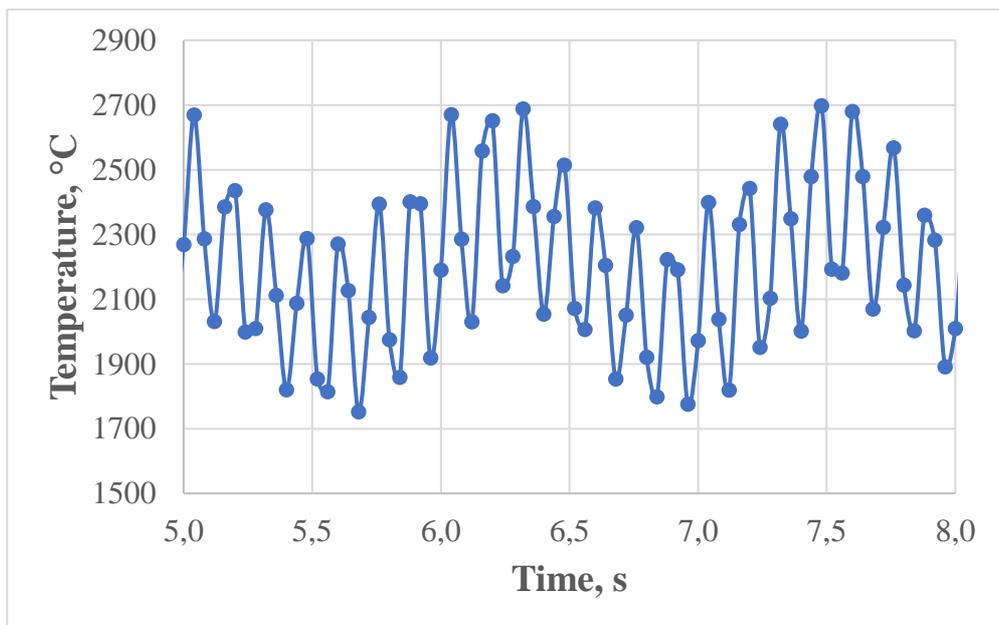
#### 1.3.1. Analyse thermique

La présence de zones équiaxes au sein de la structure colonnaire témoigne de l'existence d'une zone de liquide en surfusion. En raison de la complexité relative du dépôt de chaleur (oscillation de l'arc + pulsation de l'arc), une simulation thermique préliminaire a été réalisée afin d'aider au premier ordre à appréhender les régimes de chauffage et de refroidissement de l'échantillon.



**Figure 3-23 :** Rappel de la figure 2.3 du chapitre 2 : stratégie de dépôt Arc/Fil.

La modélisation thermique permet de déterminer l'évolution au cours du temps de la température maximale en un point de la surface de l'échantillon exposée à la source de chaleur. Les résultats présentés **Figure 3-24** indiquent que le champ thermique est une combinaison du mouvement de la torche (les oscillations) et de la pulsation de l'arc. L'augmentation de température de surface avec la fréquence plus faible est caractérisée par le chemin de la torche, en revanche l'augmentation de température de surface avec la fréquence élevée est caractérisée par les pulsations de la source d'énergie.

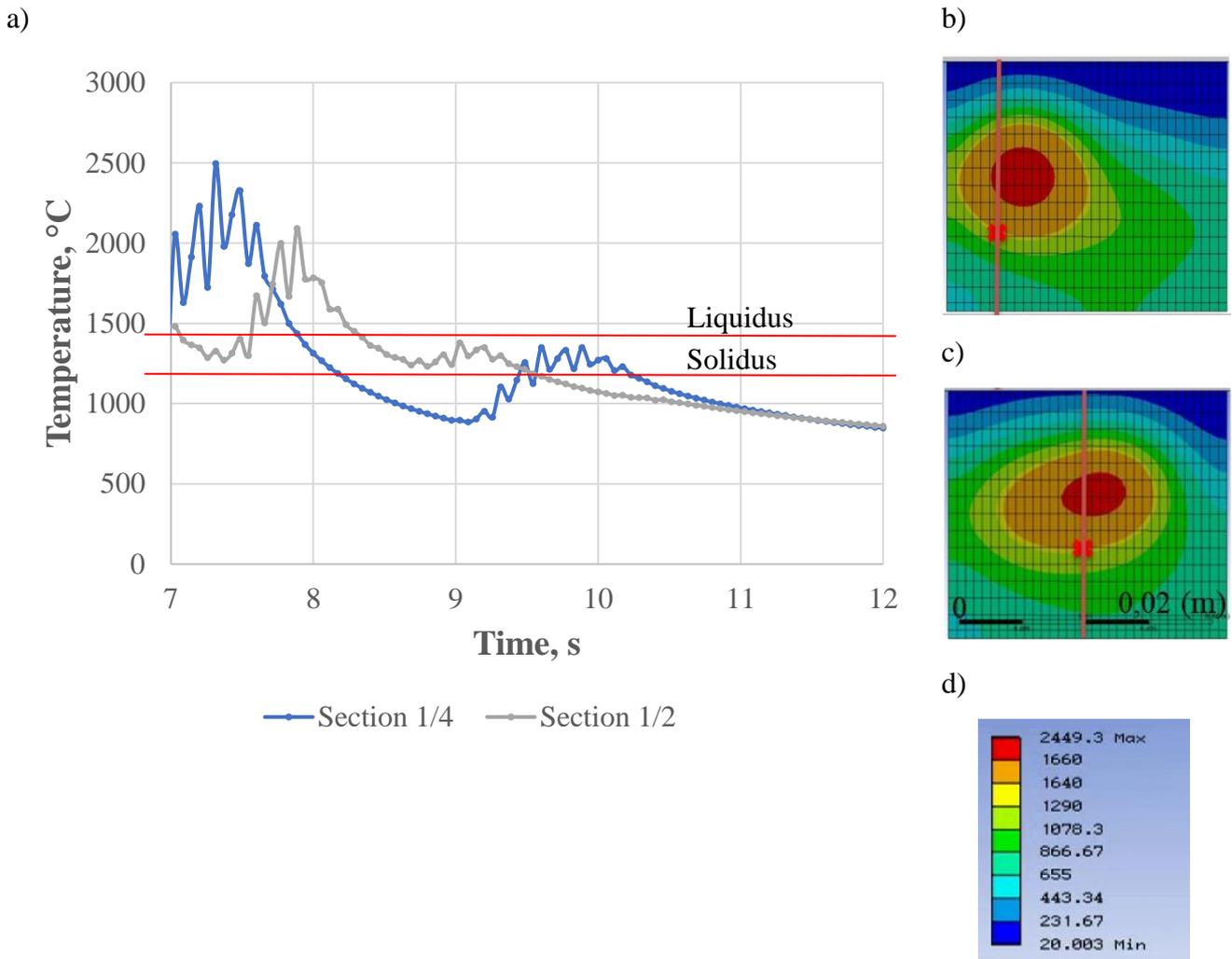


**Figure 3-24 :** Evolution au cours du temps de la température maximale de la surface de l'échantillon, exposé à la source de chaleur.

Les sondes de température numériques mises en contact dans les sections  $\frac{1}{4}$  et  $\frac{1}{2}$  avec la surface de l'échantillon simulé sont tracées sur la **Figure 3-25** avec la position de la ligne de liquidus et solidus.

## Chapitre 3. Formation des structures

Dans les deux cas on observe, après un premier temps de fusion important et long, une présence de zones partiellement refondues. Celle-ci est beaucoup plus prononcée pour la section  $\frac{1}{4}$  que pour la section  $\frac{1}{2}$ , car la température descend plus bas que la température de solidus, ce qui n'est pas le cas pour la section du milieu. On remarque aussi que pendant la refusion locale, les pulsations de la source sont prépondérantes. Il faut noter que la germination et formation des structures équiaxes se passe en bas du bain liquide, ici une analogie est appliquée entre la surface et le bas du bain liquide. Le mouvement complexe de la source peut ainsi être à l'origine des conditions thermiques favorables à des phénomènes de refusion et à l'établissement d'une zone à refroidissement lent, pouvant être le siège de surfusion et de germination.

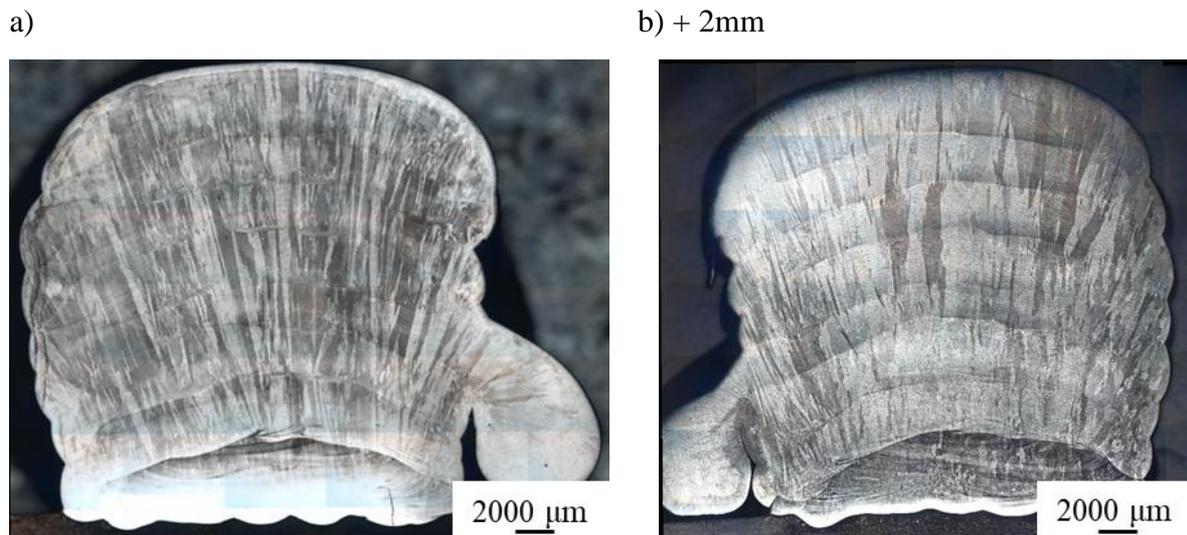


**Figure 3-25 :** a) Sonde de température à la surface de l'échantillon de deux sections pour In625 (les lignes rouges correspondent au liquidus et au solidus) ; b) vue de dessus avec la section en un quart (ligne orange) avec la position du thermocouple numérique (croix rouge) ; c) vue de dessus avec la section en un demie (ligne orange) avec la position du thermocouple numérique (croix rouge) ; d) code couleur pour la température.

### 1.3.2. Influence des Oscillations

Afin de comprendre la formation des microstructures, il faut au maximum possible découpler les phénomènes liés à l'oscillation de la torche et aux pulsations d'arc. Par exemple, en **Figure 3-26** la section **a)** est très proche du passage de la torche de droite à gauche de mur et l'on retrouve plusieurs zones équiaxes de façon périodique dans cette section. Par contre, la section **b)** 2 mm plus en avant ne présente pratiquement aucune zone équiaxe et est seulement constituée de grains colonnaires, capables de traverser plusieurs couches.

## Chapitre 3. Formation des structures



**Figure 3-26 :** a) Coupe transversale de dépôt Arc/Fil avec la section qui présente plusieurs zones équiaxes entre les couches déposées ; b) Section transversale 2 mm plus loin avec gros grains colonnaires sans la présence des zones équiaxes.

Comme précisé par l'analyse thermique, l'oscillation de la source d'énergie préchauffe localement le bain liquide. En conséquence, la taille du bain liquide augmente localement et le gradient thermique s'en trouve réduit. On suppose que le préchauffement local augmente l'hétérogénéité du bain de façon :

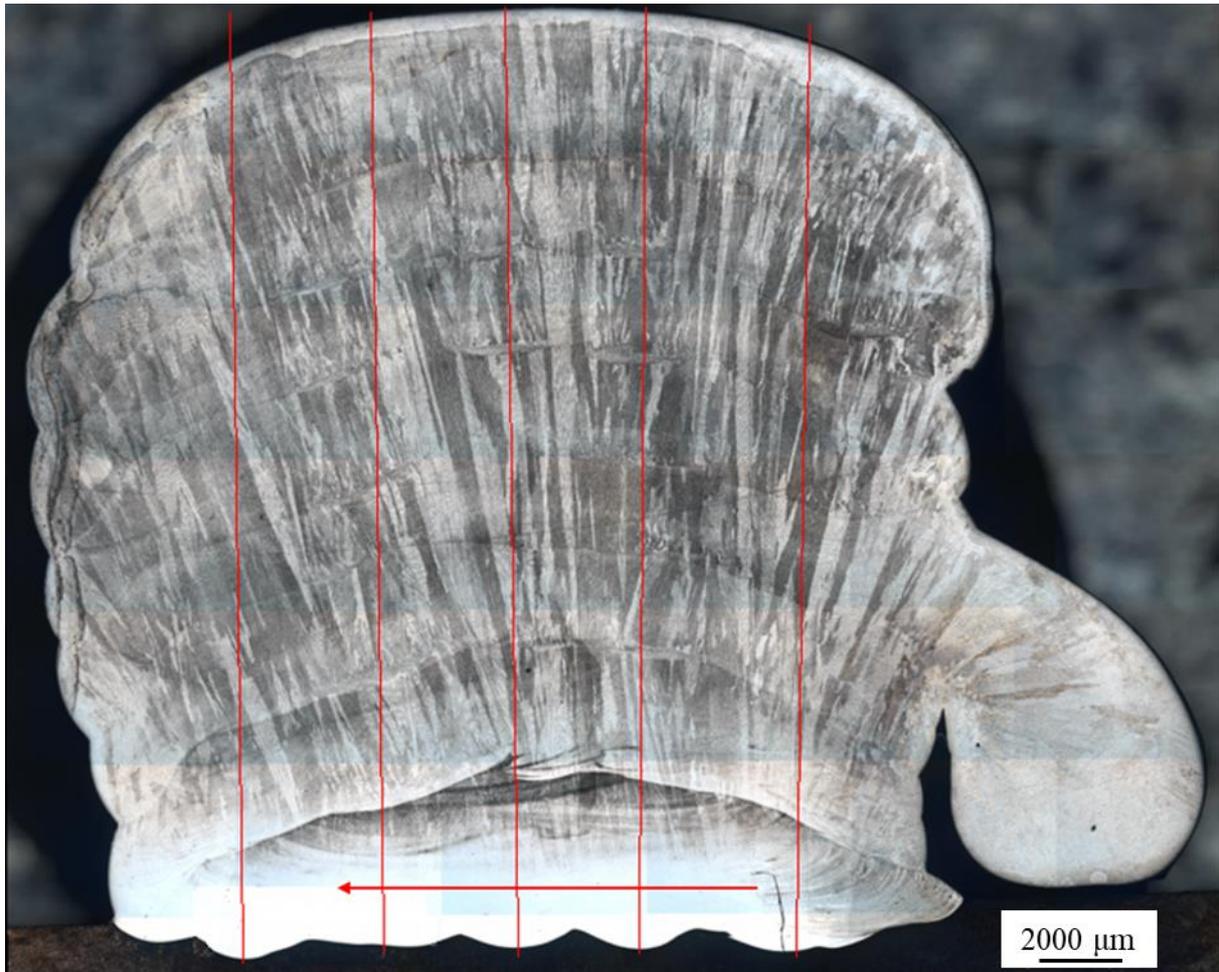
- constitutionnelle – la variation de la composition est dorénavant possible, avec des fragments de dendrites, des particules et des précipités non-fondus ;
- thermique – la direction et le module du gradient thermique, la vitesse de l'interface S/L et la vitesse de refroidissement, conduisent à des variations des espacements dendritiques et la TCE.

Une augmentation de l'épaisseur de la couche limite est possible dans la zone, où la diffusion devient importante. La force motrice de la convection de Marangoni étant le gradient thermique, si la zone est préchauffée localement, le gradient thermique devient plus faible et donc la convection de Marangoni perd de son intensité. La probabilité d'avoir des protrusions dans la couche limite entre le substrat/dépôt augmente.

A cet effet une diminution de l'intensité de la convection favorise la conduction/diffusion et donc diminue l'écoulement qui stagne en bas du bain.

### 1.3.3. Rôle des Pulsations

Si on fait la superposition des pulsations avec la macrostructure, on observe que les zones équiaxes fines et les creux dans le substrat coïncident (**Figure 3-27**).

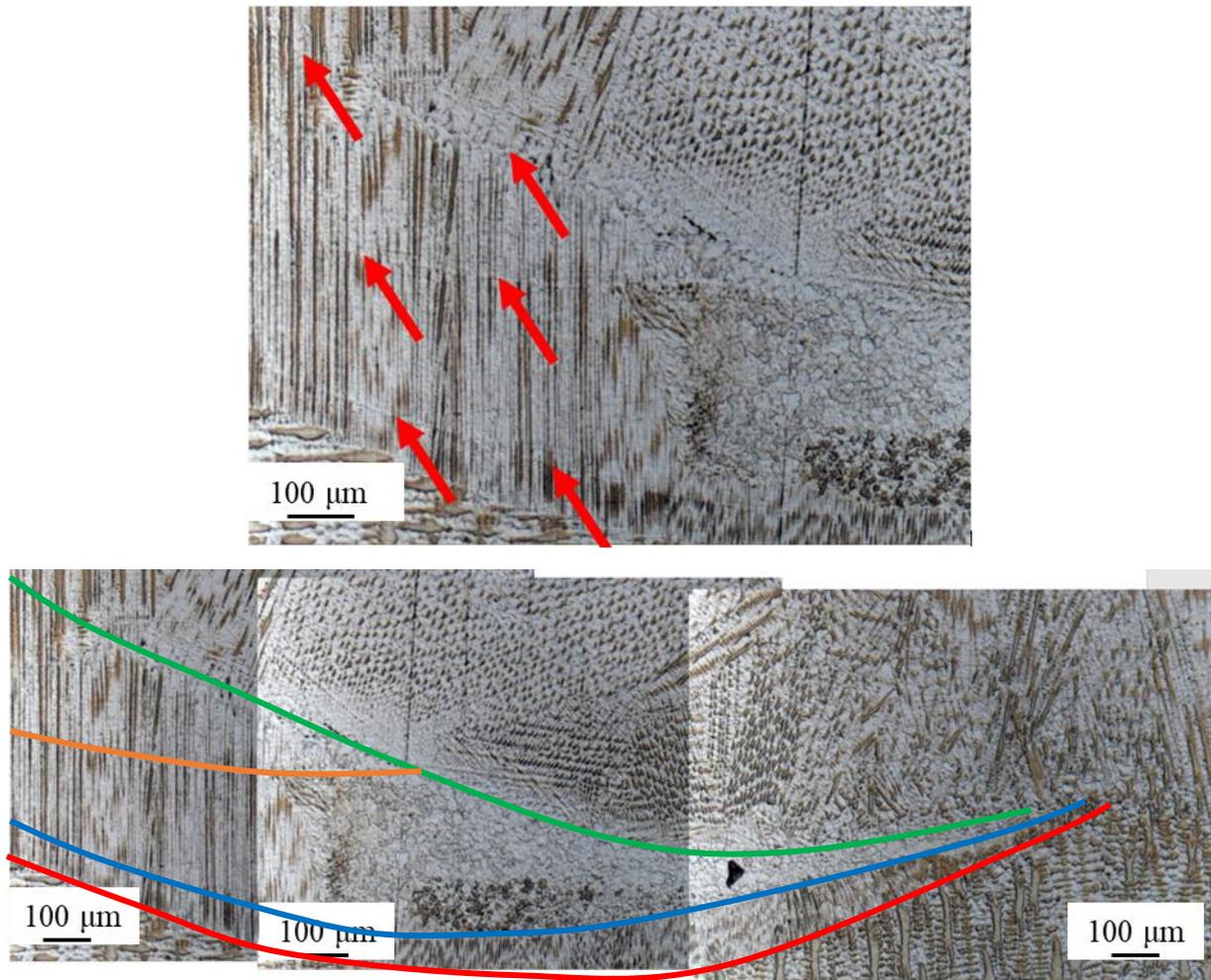


**Figure 3-27 :** Coïncidence des creux avec le substrat avec la position des zones équiaxes dans le dépôt.

On distingue par ailleurs en microscopie optique, des bandes de solidification provenant du changement de la vitesse d'interface S/L (**Figure 3-28**) typiques de régime transitoire de début de solidification. Ils se trouvent en bas de chaque couche déposée très proche de l'interface avec la couche déposée précédemment, mais présentes aussi lors de dépôt de la première couche dans l'ensemble. L'accélération de l'interface S/L provoque une formation de bande enrichie en soluté, diminuant la concentration maximale ( $C_0/k$ ) aux points dans la couche limite de la diffusion, l'épaisseur de la couche limite diminue aussi. Dans le cas de décélération de l'interface S/L il y a une formation d'une bande appauvrie en soluté, avec une augmentation de la concentration maximale ( $C_0/k$ ) aux points dans la couche limite de la diffusion et une diminution de l'épaisseur de cette couche [6].

Ces oscillations de vitesse d'interface peuvent être reliées aux oscillations du bain liquide, suite aux pulsations de la source de la chaleur. La source pulsée permet de réduire la quantité de chaleur apportée : la taille du bain diminue, la convection Marangoni devient plus faible et la vitesse de refroidissement augmente.

Dans notre cas, **Figure 3-28**, lorsqu'on examine ces bandes proches des poches de grains équiaxes on observe plusieurs bandes. La première (**bleu**) provoque le blocage de la croissance cellulaire par les petits fragments équiaxes. La deuxième se trouve à la fin de la zone équiaxe (**orange**) et la troisième (**vert**) perturbe la croissance cellulaire plus à gauche, avec l'apparition des nouveaux grains dendritiques, orientés différemment (croissance non-épitaxiale). Les bandes ne sont pas parallèles entre elles, ce qui confirme la nature oscillatoire du phénomène. L'oscillation des isothermes solidus et liquidus favorise la fragmentation des dendrites et une augmentation de la surfusion constitutionnelle dans le bain liquide devant l'interface S/L.

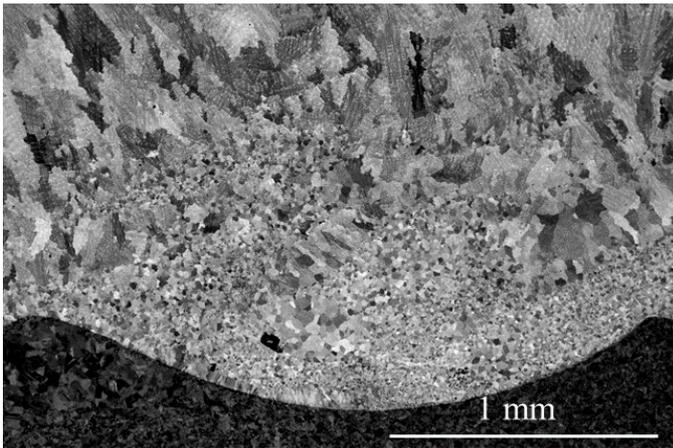


**Figure 3-28 :** Bandes d'oscillations des interfaces dans la poche équiaxe lors des pulsations.

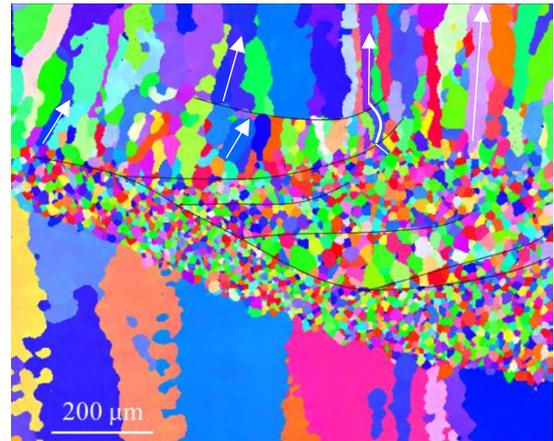
On peut distinguer les mouvements de convection du liquide par la variation de la taille des grains et leur direction de croissance à l'intérieur de la zone équiaxe (**Figure 3-29**). La croissance des grains colonnaires est perturbée par la convection du liquide dans le bain ce que confirme le régime transitoire, décrit précédemment. Les grains équiaxes arrivent pendant la période la plus intense de la pulsation et les grains colonnaires, qui commencent à continuer la croissance se forment pendant sa diminution.

Une pulsation de l'arc électrique ramène le métal liquide « frais » de composition  $C_0$  du bain liquide, en rasant les grains colonnaires qui sont en train de se solidifier. S'il y a une surfusion constitutionnelle devant l'interface S/L, cela peut permettre de germer les nouveaux grains à l'interface S/L, ou provoquer le mécanisme de croissance non-épitaxiale. Ce mouvement peut également être à l'origine de la mésoségrégation.

a)



b)



**Figure 3-29 :** a) Alternance de la croissance colonnaire équiaxe dans la première couche déposée lors des pulsations ; b) Zone de variations de la taille et de la direction de croissance des grains lors des pulsations.

Il y a une forte diminution de la convection dans la zone centrale près de l'interface du bain, grâce à cela la diffusion de soluté et la conduction de la chaleur devient plus importantes.

En résumé, nous avons montré que la thermique complexe induit par le chemin de la torche pulsé se traduit par une modification des courants de convection et de la thermique du bain liquide conduisant à l'apparition de poches en surfusion constituées de plusieurs zones : cellulaire, dendritique équiaxe, bande ségréguée et équiaxe non dendritique. Ces zones millimétriques peuvent influencer au premier ordre les propriétés mécaniques par concentration de contrainte ou changement de mécanisme de propagation de fissure en fatigue et seront étudiées dans la partie mécanique.

## 2. Formation des structures dans le procédé Laser/Fil

### 2.1. Macrostructure

Les images de microscopie optique de la section transversale sont présentes sur la **Figure 3-30**.

Le dépôt est constitué de gros grains colonnaires en croissance épitaxiale à travers plusieurs couches de cordons déposées. Les grains suivent la direction opposée de gradient thermique influencé par la courbure des couches précédentes et la stratégie de lasage. Les cordons sont larges : pour couvrir 28 mm de largeur il faut seulement 4 cordons en prenant en compte le chevauchement des cordons.



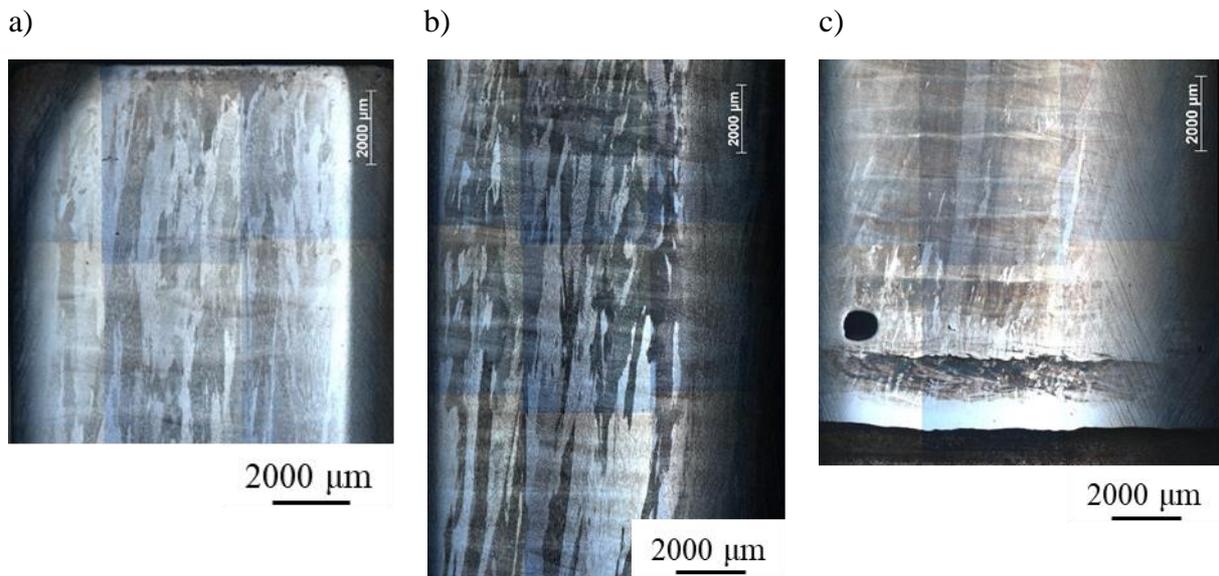
**Figure 3-30 :** Images en microscopie optique de la section transversale du dépôt Laser/Fil.

## Chapitre 3. Formation des structures

Des images optiques de la section longitudinale sont données sur la **Figure 3-31**.

Cette section longitudinale est localisée à mi-épaisseur du mur, où il y a le chevauchement des cordons. Les grains colonnaires dendritiques sont légèrement inclinés pour suivre le gradient thermique établi par le sens de dépôt. On observe un régime transitoire de sélection de grains sur les trois premières couches déposées suivi d'un régime « permanent » (**Figure 3-31 c**). Dans le cordon l'interface n'est pas toujours horizontale. Elle peut changer sa courbure et donner un changement de direction de la croissance.

A mi-hauteur (**Figure 3-31 b**), on observe beaucoup plus de grains colonnaires, car on tombe dans la zone de chevauchement où il y a une inclinaison des grains de la zone transversale qui commence à apparaître et font germer les nouveaux grains.



**Figure 3-31 :** Images en microscopie optique de la section longitudinale en demi-épaisseur du dépôt Laser/Fil : a) haut du dépôt, b) milieu et c) bas du dépôt.

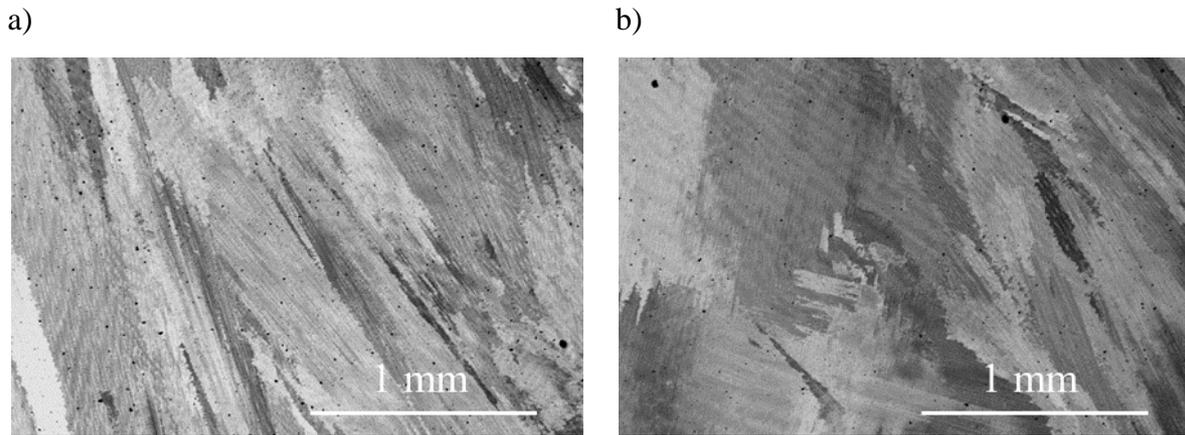
### 2.2. Microstructure

Les microstructures caractéristiques de la section transversale peuvent être distinguées selon deux zones suivant qu'il y ait chevauchement (**Figure 3-32 a**) ou sans chevauchement des cordons (**Figure 3-32 b**).

La zone sans chevauchement des cordons se trouve au centre des cordons et consiste en gros grains colonnaires croissant à travers plusieurs couches de façon épitaxiale. Le sens de croissance est opposé à la direction du gradient thermique et perpendiculaire aux interfaces entre les couches.

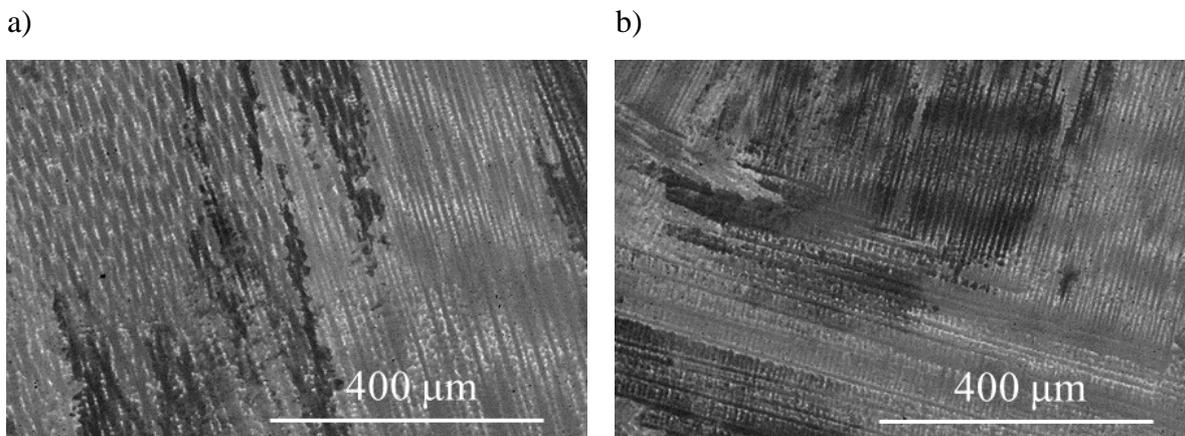
Les zones de chevauchement de cordons présentent plus d'interfaces, car il y a des interfaces des cordons voisins, qui se rajoutent, comme le montre la **Figure 3-32**. Ces zones peuvent contenir de gros grains qui apparaissent par un mécanisme du branchement par les côtés suite à l'inclinaison de l'interface et à une croissance épitaxiale des grains qui font alterner la direction de croissance de  $90^\circ$  suite à la symétrie cubique de l'In625.

## Chapitre 3. Formation des structures



**Figure 3-32 :** Images MEB pour deux types des zones dans le dépôt Laser/Fil : a) Sans chevauchement des cordons ; b) Avec chevauchement des cordons.

La croissance épitaxiale dans le cordon commence avec une structure cellulaire, qui rapidement évolue en structure dendritique aussi bien pour les zones de chevauchement que les autres (**Figure 3-33**). Il n'y a pas de transition brusque des espacements cellulaire – dendritique. Dans la zone de chevauchement, on observe le mécanisme du branchement par les côtés, qui conduit à l'établissement de gros grains colonnaires, par alternance bras primaires – bras secondaires des dendrites. Les structures restent « grossières » même à l'interface ( $\lambda_1$  change de  $16,5 \mu\text{m}$  à  $7 \mu\text{m}$  à travers l'interface ( $\lambda_1$  change de  $31 \mu\text{m}$  à  $5 \mu\text{m}$  à travers l'interface dans le procédé Arc/Fil et de  $12 \mu\text{m}$  à  $3 \mu\text{m}$  dans le procédé Laser/Poudre) : la vitesse de déposition élevée dans le mur ne permet pas à celui-ci de se refroidir entre deux passes.



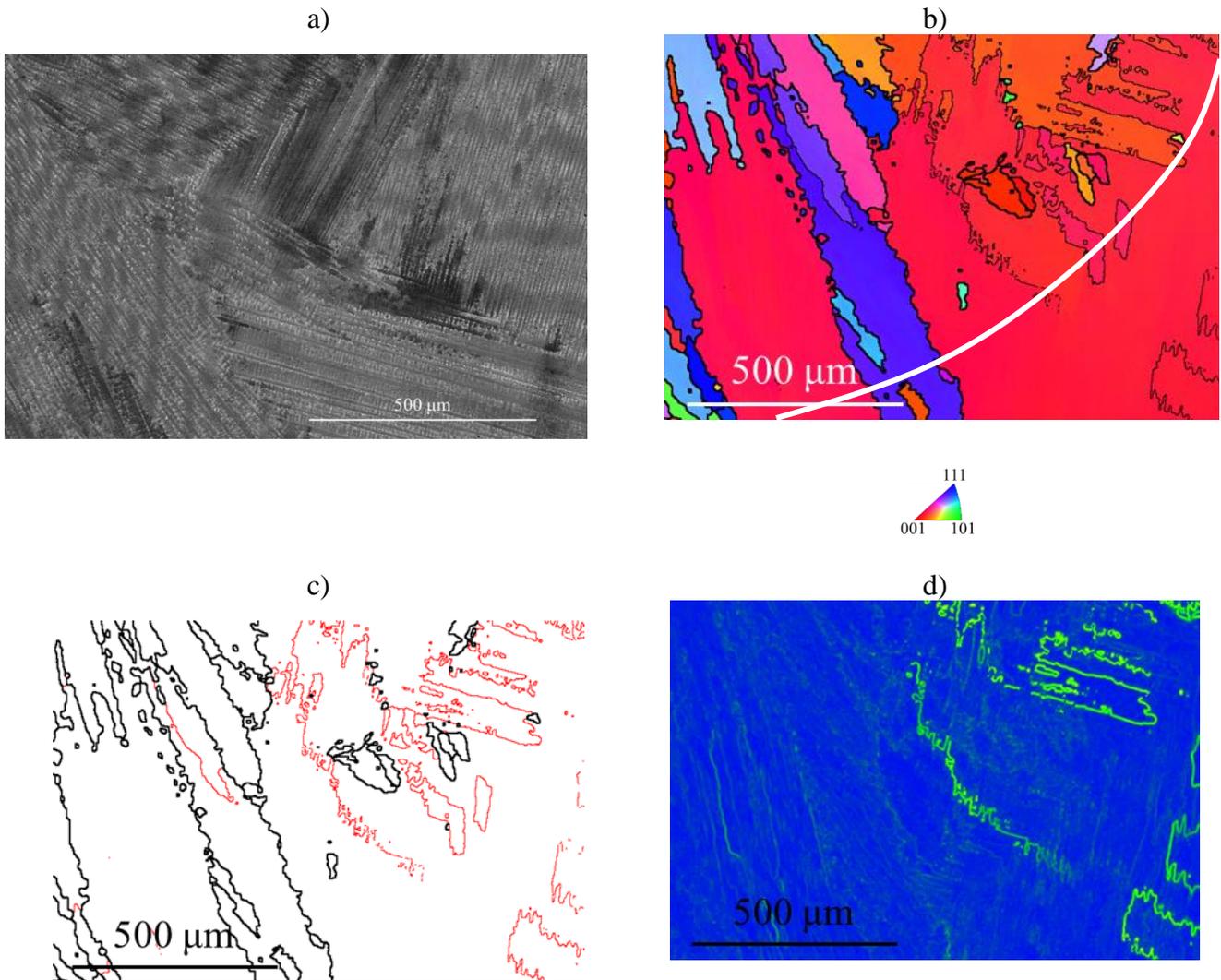
**Figure 3-33 :** Images MEB de la microstructure dendritique pour deux types des zones dans le dépôt Laser/Fil : a) Sans chevauchement des cordons ; b) Avec chevauchement des cordons.

### 2.2.1. Microtexture

La cartographie EBSD de la section transversale, présentant une interface avec chevauchement des couches, est donnée **Figure 3-34**. Elle confirme la croissance épitaxiale des grains colonnaires dendritiques à travers l'interface (ligne blanche tracé à partir de la micrographie optique non représentée ici) avec une faible germination de nouveaux grains. Le mécanisme du branchement par les côtés suite à l'inclinaison de l'interface est visible sur la partie droite de la cartographie. La taille des grains moyenne est de  $24 \mu\text{m}$  dans la largeur. La prévalence des sous-grains (**Figure 3-34 c**) nous indique que la densité de dislocations dans le gros grain, qui possède l'orientation cubique, doit être élevée (comme le montre la cartographie des orientations locales (**Figure 3-34 d**) et donc une localisation des contraintes

### Chapitre 3. Formation des structures

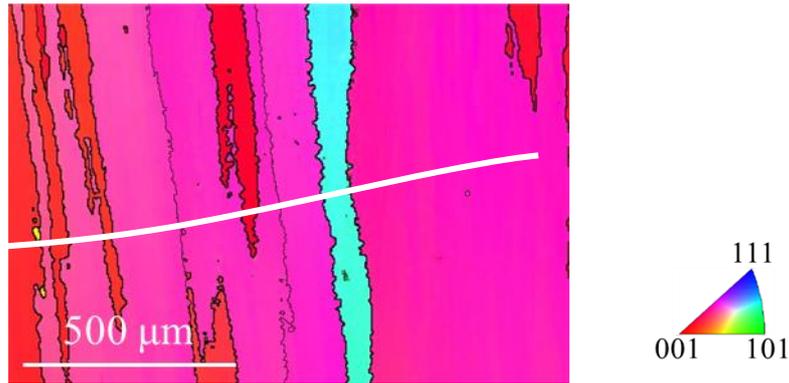
résiduelles suite à la solidification et au nombre de cycles thermiques élevé. La microtexture est préférentiellement cubique avec une intensité de 30,75.



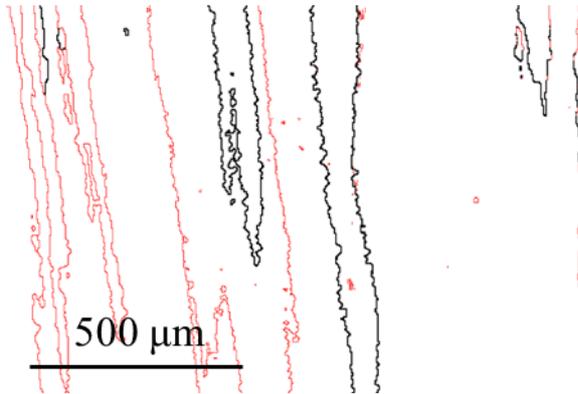
**Figure 3-34 :** a) Image MEB en BSE de la section transversale dans le dépôt Laser/Fil, présentant une interface avec chevauchement des couches ; b) Cartographie EBSD en IPF-BD ; c) Carte, montrant les joints des grains faiblement désorienté en rouge ; d) Carte des désorientations locales.

Une cartographie EBSD typique de la section transversale, possédant une interface sans chevauchement des couches, est donnée sur la **Figure 3-35**. On observe la croissance épitaxiale des grains colonnaires dendritiques à travers l'interface (ligne blanche – **Figure 3-35 a**). La taille des grains moyenne est de 22,6 μm dans la largeur. La distribution des angles d'orientations nous donne une prévalence de grands angles d'orientations entre grains avec un angle de désorientation maximale de 24°. La faible présence de sous-grains observés dans la cartographie d'orientations locales indique une densité de dislocations élevée dans cette zone et donc une valeur des contraintes résiduelles faible. La microtexture est toujours cubique avec une intensité plus marquée de 40,2.

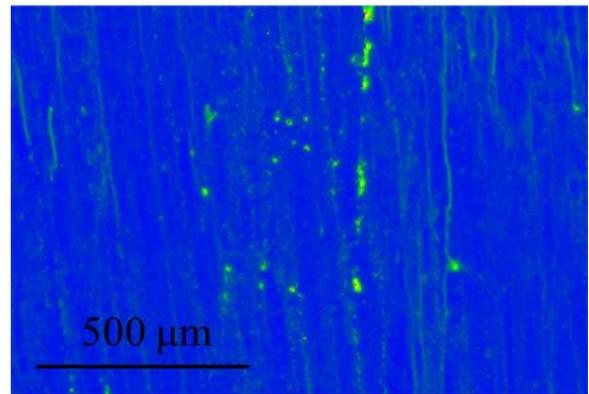
a)



b)



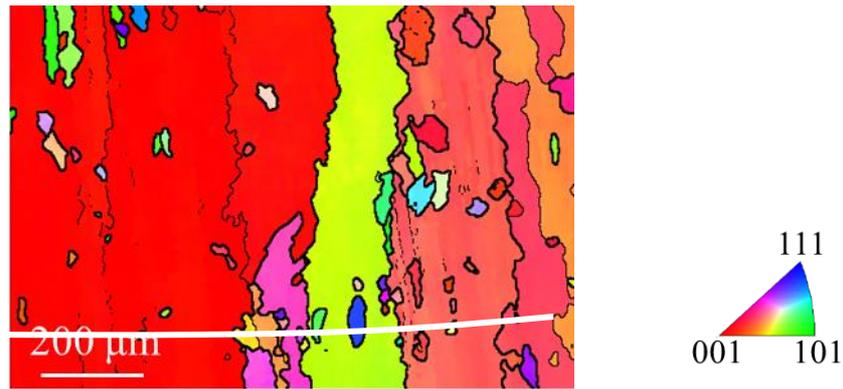
c)



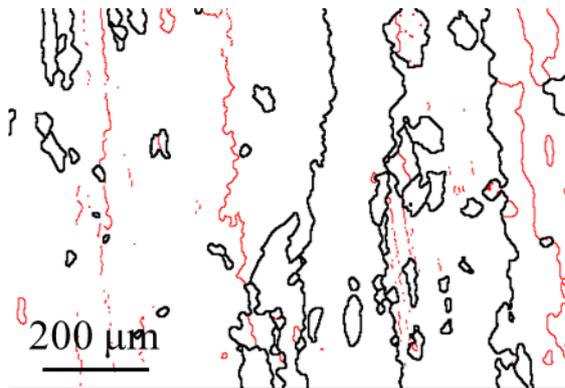
**Figure 3-35 :** a) Cartographie EBSD en IPF-BD de la section transversale dans le dépôt Laser/Fil, présentant une interface sans chevauchement des couches ; b) Carte, montrant les joints des grains faiblement désorienté en rouge ; c) Carte des désorientations locales.

La cartographie EBSD de la section longitudinale en demi-épaisseur, en présence d'interface entre cordons, est donnée sur la **Figure 3-36**. On remarque la croissance épitaxiale des grains colonnaires dendritiques avec germination de nouveaux grains à l'interface entre les couches. La taille des grains moyenne dans leur largeur est de 26,7  $\mu\text{m}$ . L'existence des sous-grains est visible sur la cartographie caractérisant les joints des grains (**Figure 3-36 c**). Cela fait augmenter localement la densité sur la carte d'orientations locales. La microtexture est préférentiellement cubique avec une intensité de 37,5.

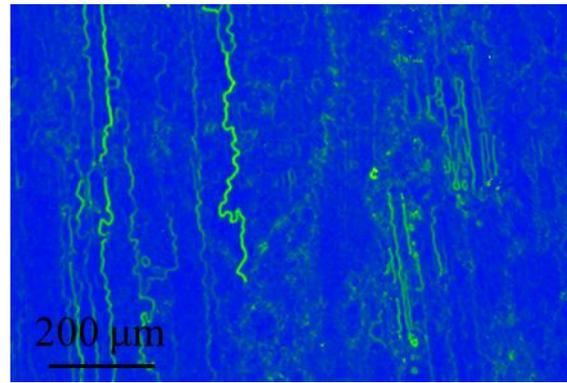
a)



b)



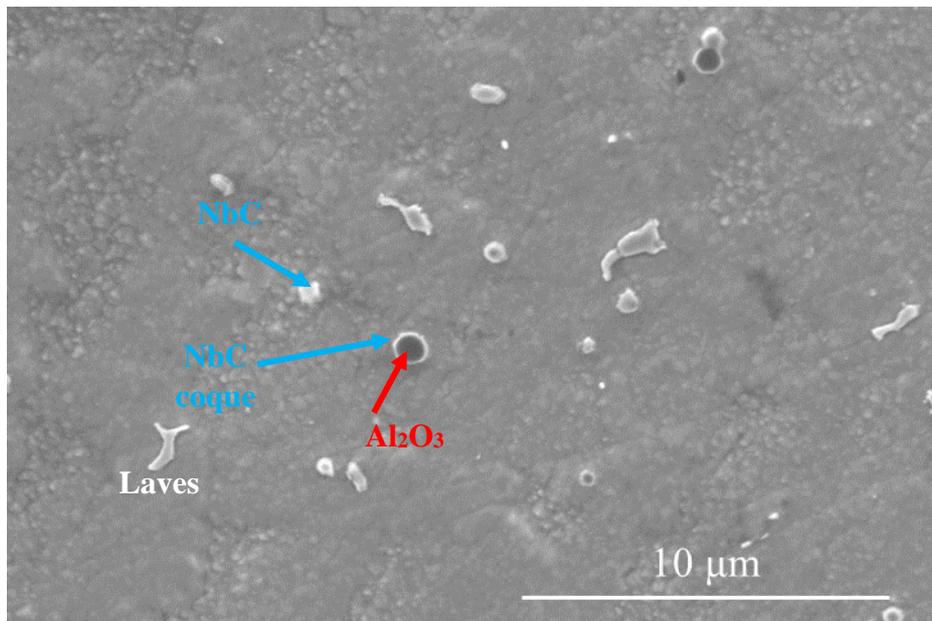
c)



**Figure 3-36 :** a) Cartographie EBSD en IPF-BD de la section longitudinale en demi-épaisseur dans le dépôt Laser/Fil, en présence d'interface entre cordons ; b) Carte, montrant les joints des grains faiblement désorientés en rouge ; c) Carte des désorientations locales.

### 2.2.2. Phases présentes et microségrégation

Les phases existantes dans le dépôt brut de solidification sont (**Figure 3-37**) : la matrice  $\gamma$  (préférentiellement dissoute par le réactif d'attaque) et suite à la microségrégation, les carbures type NbC (qui se forment majoritairement sur les inclusions d'alumine) et les phases de Laves issues de la transformation eutectique de fin de solidification. On remarque aussi l'existence d'inclusions d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et d'inclusions riches en Ti, plus probablement TiN (**Annexe 1**).



**Figure 3-37 :** Phases existantes dans le dépôt Laser/Fil brut de solidification.

### 3. Formation des structures dans le procédé Laser/Poudre

#### 3.1. Macrostructure

Le dépôt Laser/Poudre est une superposition de deux stratégies de dépôt : aller simple et zig-zag (cf chapitre 2). Les images en microscopie optique de la section transversale sont présentées sur la **Figure 3-38**. On remarque la croissance à travers plusieurs couches déposées de grains colonnaires dendritiques, plus petits en taille que les grains du dépôt Laser/Fil. Dans la zone centrale du dépôt, un affinement de la taille de la microstructure est observé avec des orientations de grains différentes. Les dépôts sont aussi beaucoup plus localisés : les cordons déposés sont plus fins.

La superposition des deux stratégies de dépôt donne lieu à deux types d'interfaces possibles : interfaces en aller simple et en zig-zag.

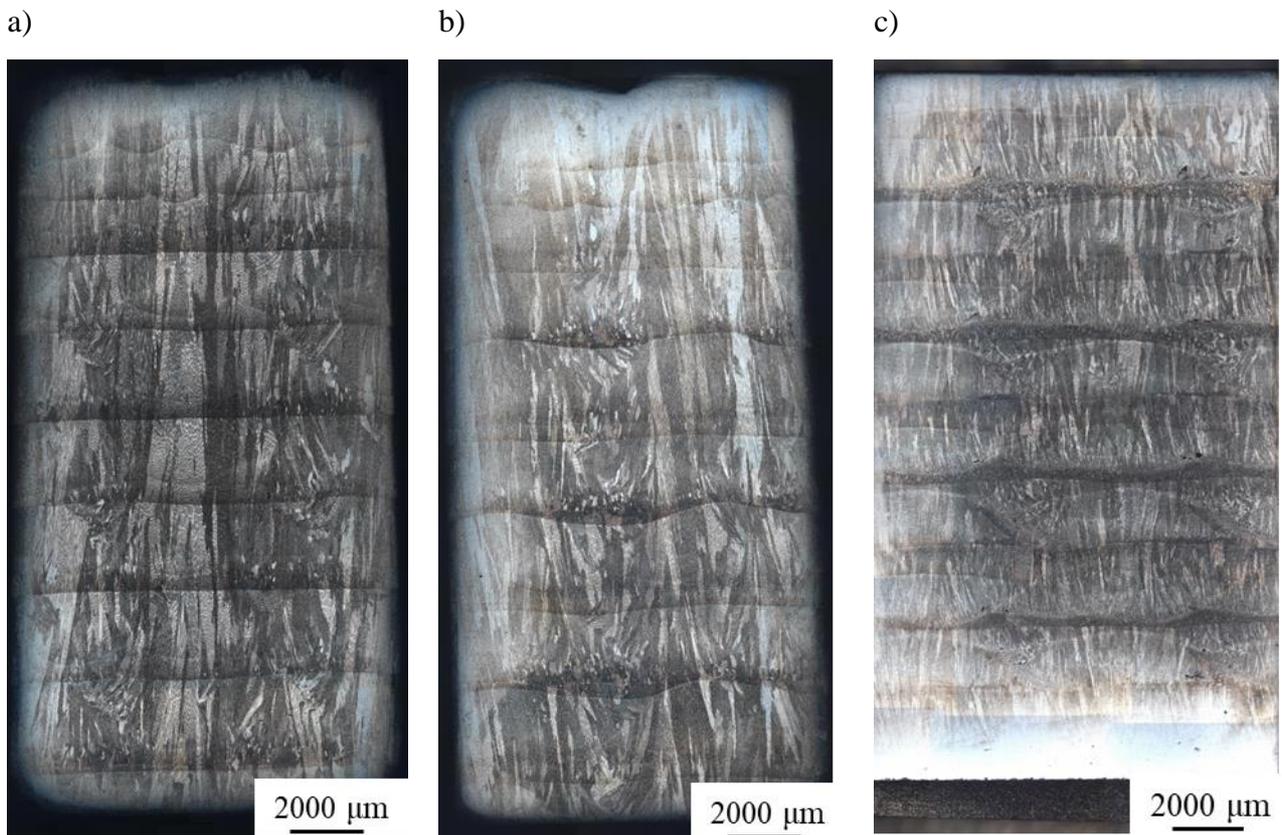


**Figure 3-38 :** Images en microscopie optique de la section transversale du dépôt Laser/Poudre.

Les sections longitudinales (demi-épaisseur, quart et à 2 mm de la surface) en microscopie optique sont présentées sur la **Figure 3-39**. Les observations des sections longitudinales en milieu et en quart d'épaisseur correspondent au haut du mur et la section à 2 mm du bord se trouve en pied de mur (zone de contact avec le substrat). Sur la section longitudinale en demi-épaisseur, on observe la présence des grains colonnaires dendritiques croissant à travers plusieurs couches déposées. On remarque que les interfaces liées à la déposition en aller simple possèdent un contraste optique plus important que les interfaces en zig-zag : les interfaces en aller simple ont un gradient de taille de microstructure beaucoup plus important suite à la stratégie de dépôt (longueur totale parcourue par le laser = 200 mm entre passe), à l'origine d'un refroidissement local plus important. On remarque aussi sur la section longitudinale en demi-épaisseur, des petites zones de grains équiaxes dans la zone de chevauchement avec le cordon déposé juste avant.

Par contre dans la section longitudinale en 1/4 d'épaisseur, les zones à petits grains équiaxes ne sont pas visibles mais des zones avec affinement de la microstructure sont observées dans les zones de chevauchement avec les cordons de l'aller simple.

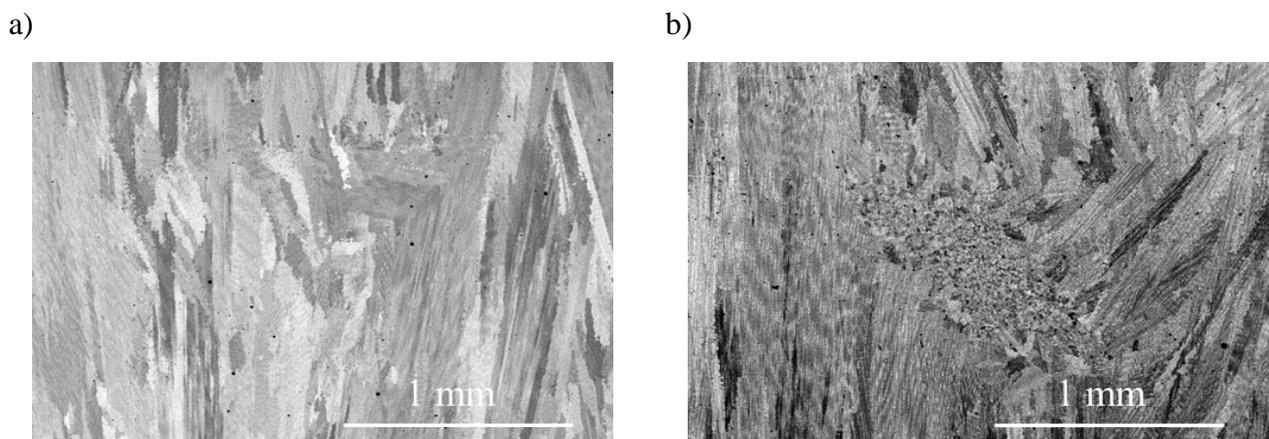
La section longitudinale à 2 mm près du bord a une microstructure mixte : les zones équiaxes fines se trouvent dans les deux types de cordons (zig-zag et aller simple).



**Figure 3-39 :** Images en microscopie optique des sections longitudinales du dépôt Laser/Poudre : a) Milieu ; b) Quart ; c) A 2 mm du bord.

### 3.2. Microstructure

Un exemple des microstructures, obtenues au MEB, de la section longitudinale en demi-épaisseur **Figure 3-40 a** montre les interfaces de type zig-zag et aller simple avec la croissance épitaxiale des grains colonnaires dendritiques à travers plusieurs couches déposées. L'interface de type zig-zag trouve son origine dans le branchement par les côtés suite à l'inclinaison de l'interface. En revanche, la **Figure 3-40 b** montre également l'existence de zone équiaxe fine à l'interface type zig-zag.

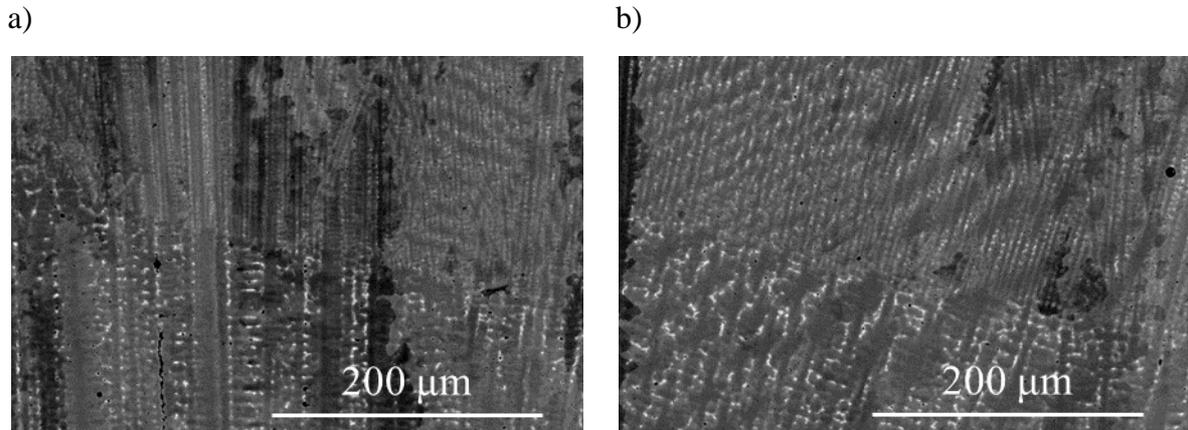


**Figure 3-40 :** Images MEB des transitions dans le dépôt Laser/Poudre : a) Transition sans formation de zone équiaxe ; b) Transition avec formation de zone équiaxe.

On observe la finesse des microstructures aux interfaces (**Figure 3-41**) : la microstructure plus fine dans le cas de l'interface aller simple (**Figure 3-41 a**) ( $\lambda_1$  passe de 9,2 μm à 3,6 μm à travers l'interface) et

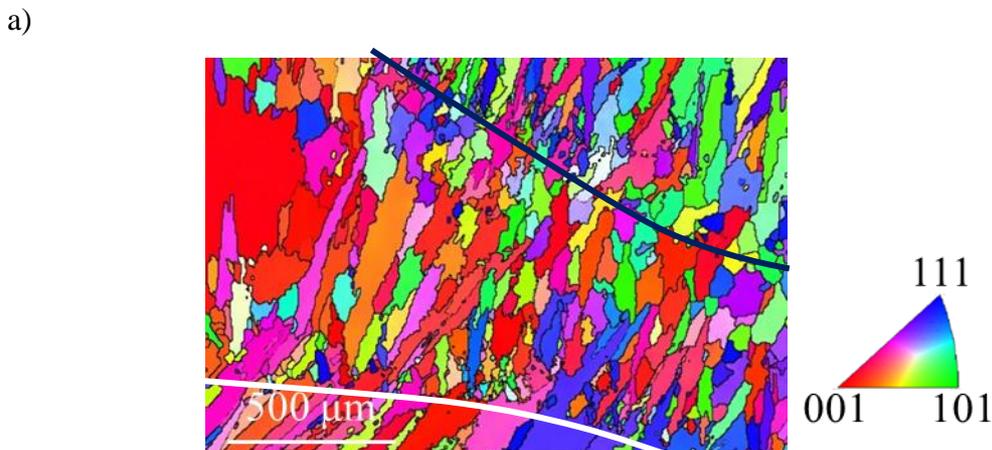
### Chapitre 3. Formation des structures

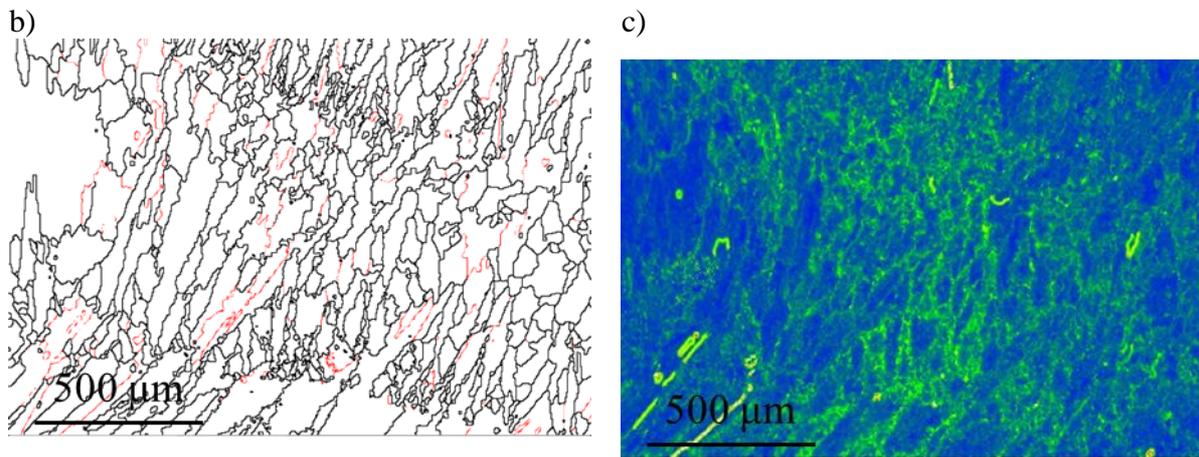
plus grossière dans le cas de l'interface zig-zag (**Figure 3-41 b**) ( $\lambda_1$  passe de 12,5  $\mu\text{m}$  à 5,7  $\mu\text{m}$  à travers l'interface). L'interface en aller simple démarre sa croissance avec des cellules et l'interface zig-zag, commence avec des bras secondaires bien développés ce qui confirme la vitesse de refroidissement plus élevée dans le premier cas.



**Figure 3-41 :** Image MEB de la microstructure dendritique dans le dépôt Laser/Poudre avec une interface : a) En aller simple ; b) En zig-zag.

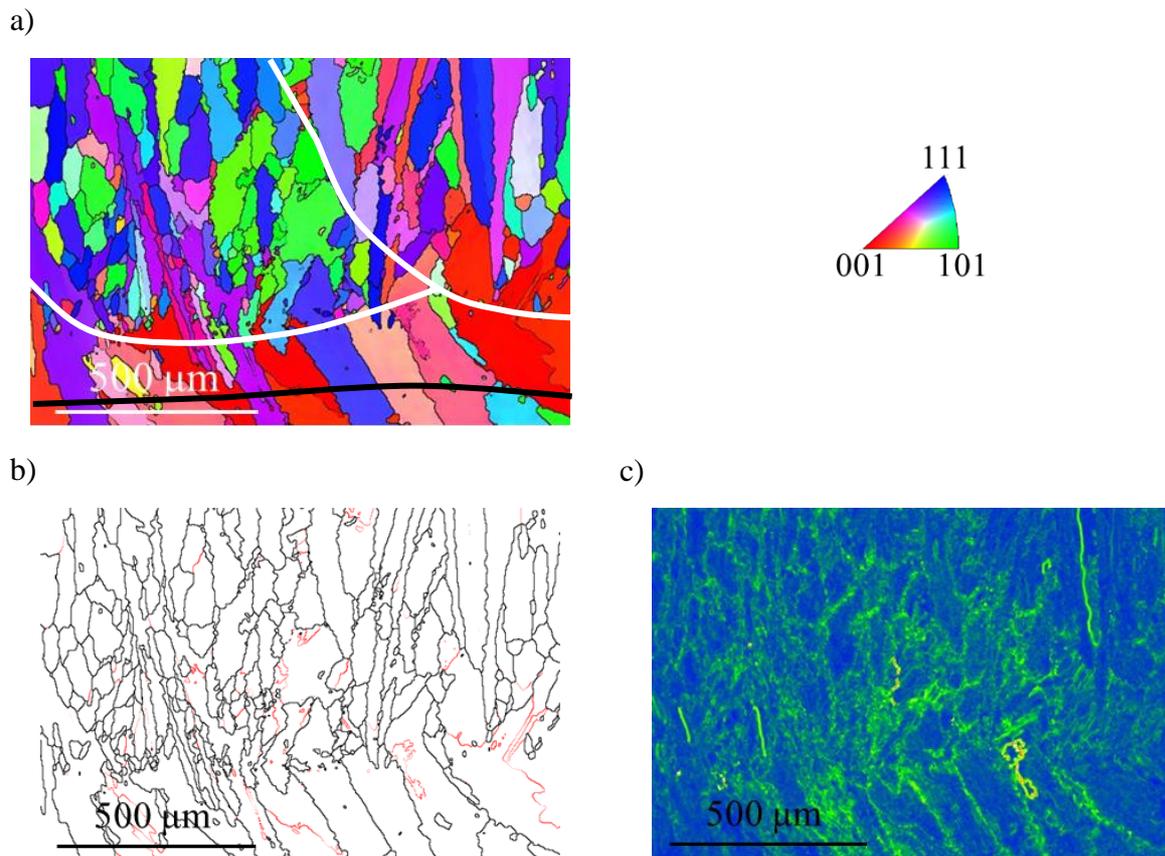
La cartographie EBSD de la section transversale, possédant deux interfaces (en aller-simple (noir) et en zig-zag (blanc)), est donnée **Figure 3-42**. On remarque une croissance épitaxiale des grains colonnaires dendritiques avec germination des nouveaux petits grains aux interfaces des couches. La taille des grains moyenne est de 45,9  $\mu\text{m}$ . L'existence des sous-grains est visible sur la cartographie, caractérisant les joints des grains. Cela fait augmenter localement la densité sur la carte des désorientations locales. La microtexture est préférentiellement cubique avec une faible intensité de 6,23.





**Figure 3-42 :** a) Cartographie EBSD en IPF-BD de la section transversale de dépôt Laser/Poudre, possédant deux interfaces (en aller-simple (noir) et en zig-zag (blanc)) ; b) Carte, montrant les joints des grains faiblement désorienté en rouge ; c) Carte des désorientations locales.

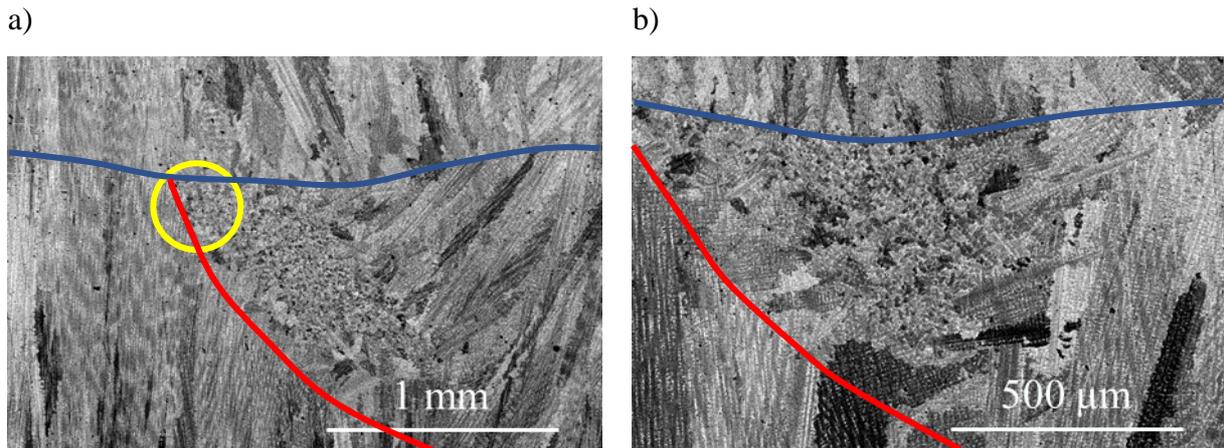
La cartographie EBSD de la section longitudinale milieu, possédant une interface, est donnée sur la **Figure 3-43**. On remarque la croissance épitaxiale des grains colonnaires dendritiques avec la germination des nouveaux petits grains à l'interface entre des couches. La taille des grains moyenne est de 34,8 μm. L'existence des sous-grains est visible sur la cartographie, caractérisant les joints des grains (en rouge). Ils font augmenter localement l'intensité sur la carte des orientations locales. La microtexture est préférentiellement cubique avec une intensité de 8,27.



**Figure 3-43 :** a) Cartographie EBSD en IPF-BD de la section longitudinale milieu de dépôt Laser/Poudre, possédant deux interfaces (en aller-simple (noir) et en zig-zag (blanc)); b) Carte, montrant les joints des grains faiblement désorienté en rouge ; c) Carte des désorientations locales.

### 3.2.1. Caractérisation des zones équiaxes

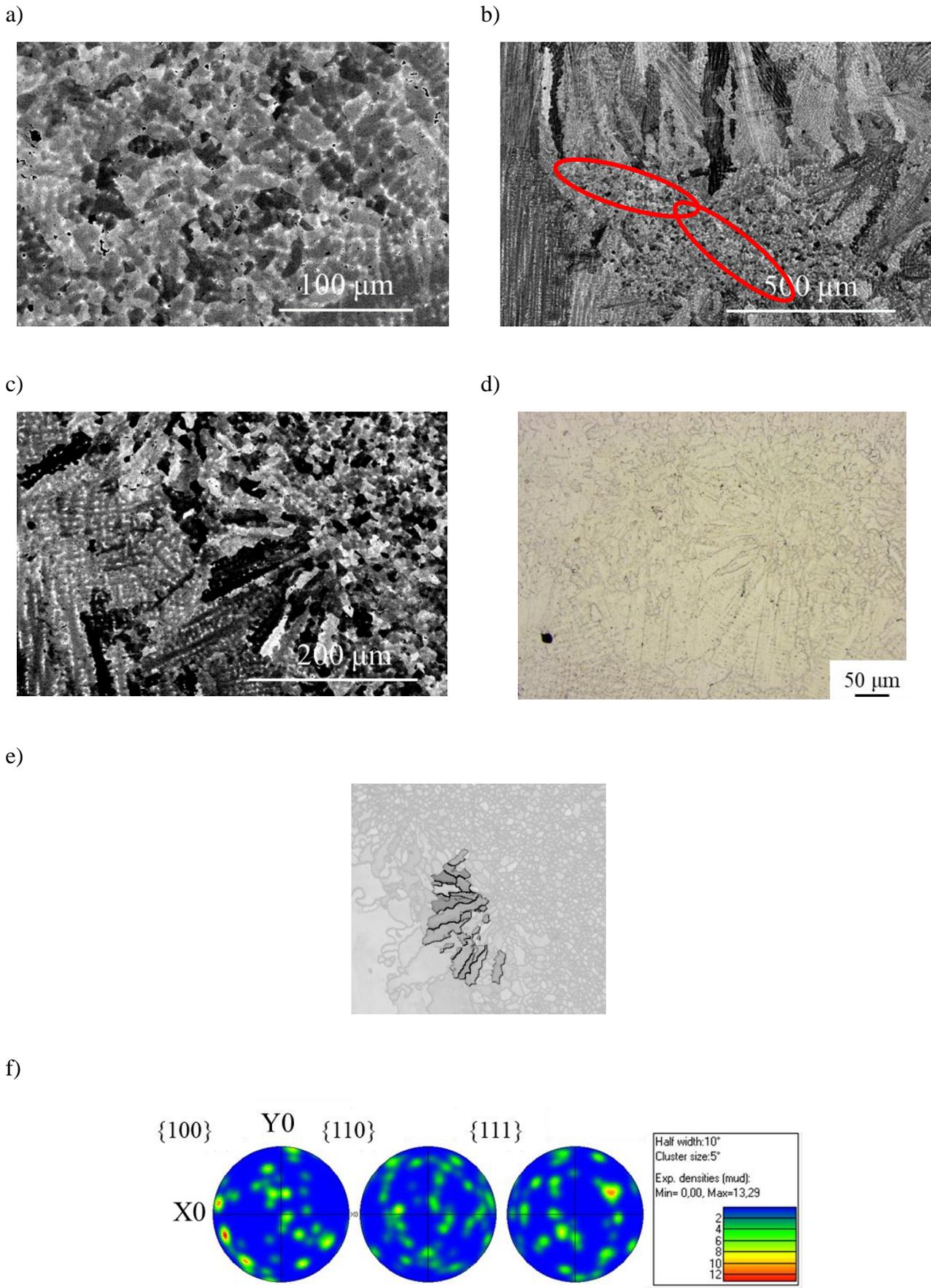
La zone équiaxe fine se trouve dans le haut de l'interface type zig-zag : **Figure 3-44**. Les zones équiaxes se retrouvent périodiquement dans le dépôt. Elles touchent l'interface en zig-zag (rouge) en haut d'un cordon (cercle jaune). Plus bas suivant l'interface rouge, il y a la croissance épitaxiale des grains colonnaires dendritiques par le mécanisme d'un branchement par les côtés suite à l'inclinaison de l'interface. Puis cette croissance est bloquée par les petits grains équiaxes jusqu'à une certaine distance et ensuite les grains colonnaires gagnent la compétition de croissance. On observe alors la concurrence entre les grains colonnaires verticaux et inclinés, bien visible sur la **Figure 3-44 b**. Avec le passage d'un cordon en aller simple, il y a la germination épitaxiale des grains colonnaires sur les grains équiaxes.



**Figure 3-44 :** Images MEB des zones équiaxes fines dans le dépôt Laser/Poudre : a) Germination des grains équiaxes à l'interface avec la couche d'avant (cercle jaune) ; b) Croissance colonnaire à l'interface avec la compétition.

Sur l'image MEB en BSE (**Figure 3-45**), on voit que dans la zone équiaxe les précipités interdendritiques se trouvent entre les grains équiaxes. On observe également une zone ségrégée (**Figure 3-45 b**), qui se trouve dans la zone de convection du métal liquide dans le bain. Cette zone est enrichie en Nb et Mo, contenant les phases NbC et Laves. La zone équiaxe ne possède pas de zone non-ségrégée, contrairement à celle de l'Arc/Fil, par contre on observe une zone « étoilée » avec des petits grains colonnaires dendritiques. Ces structures « étoilées » sont typiques du dépôt Laser/Poudre et sont nombreuses. Cela peut s'expliquer par la germination sur les particules de la poudre non-fondues. La cartographie EBSD nous montre que ces grains partagent un axe commun de type  $\langle 111 \rangle$ .

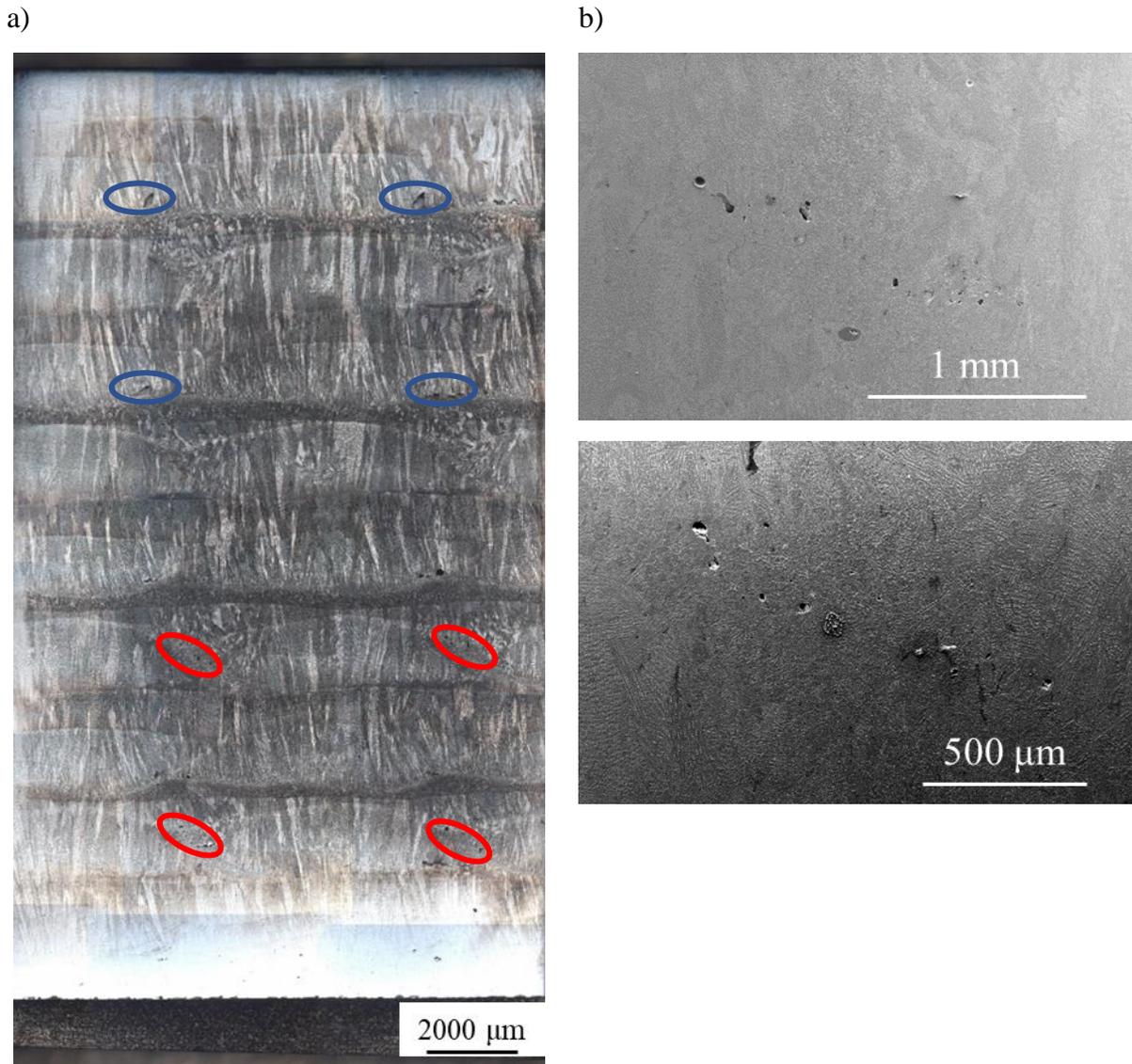
### Chapitre 3. Formation des structures



**Figure 3-45 :** Microstructure de la zone équiaxe montrant : a) Présence des précipités interdendritiques ; b) Concentration des zones ségréguées en forme de W (ellipses rouges) ; c)-f) Existence des zones avec le centre de germination.

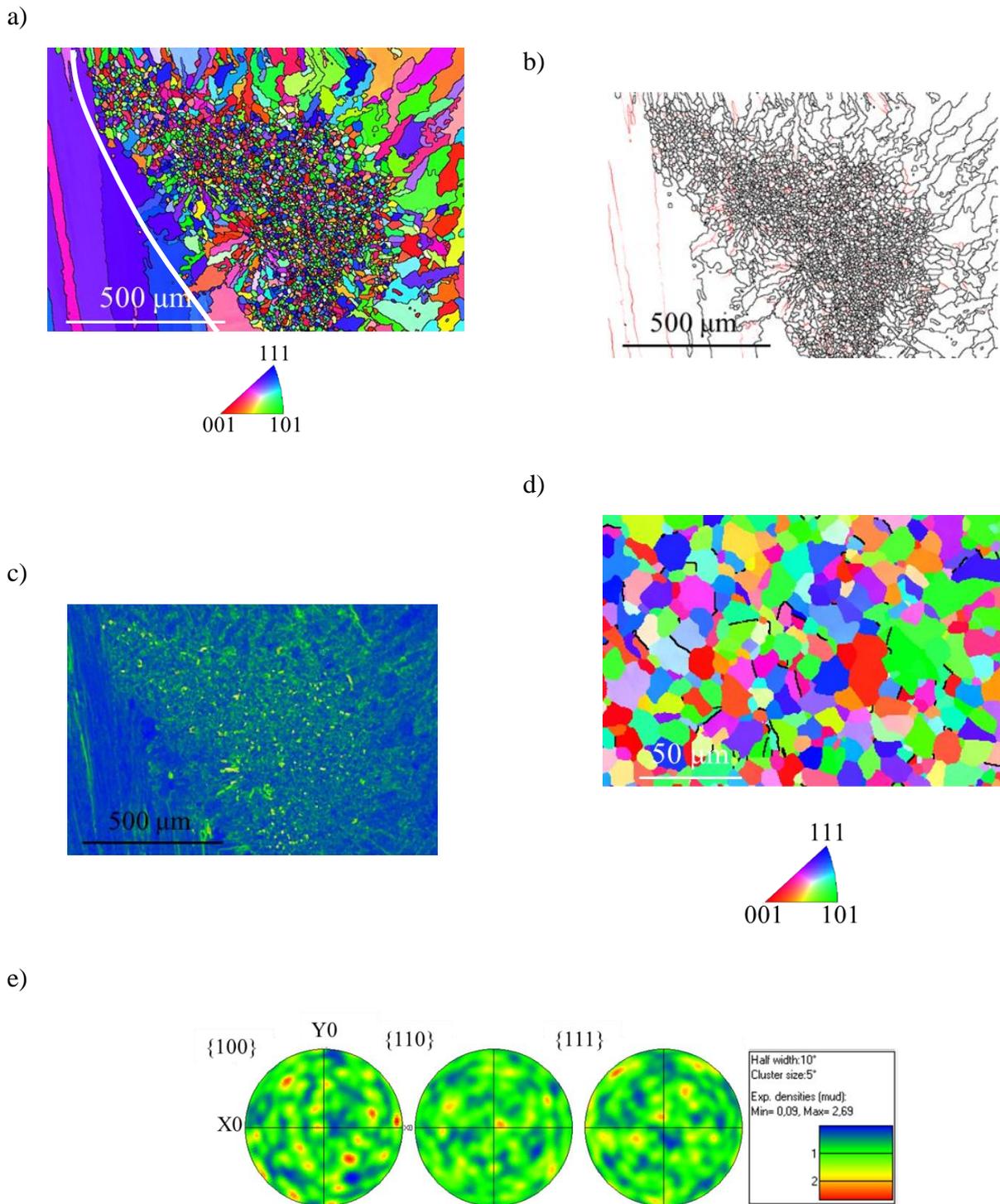
### Chapitre 3. Formation des structures

Dans la section longitudinale à 2 mm du bord, où l'on trouve le maximum de zones aux grains équiaxes, on remarque la présence de particules d'oxydes non-fondues pendant la déposition (**Figure 3-46**). Leur position est périodique dans le dépôt Laser/Poudre : dans les cordons zig-zag (rouge) et dans les cordons aller simple (bleu). Ces particules des oxydes non-fondues suivent le sens d'écoulement du liquide en forme de W.



**Figure 3-46 :** Microstructure optique et MEB de la section longitudinale à 2 mm du bord dans le dépôt Laser/Poudre montrant : a) La périodicité des zones équiaxes et structures colonnaires ; b) Les interfaces en zig-zag (rouge et bleu) ayant les particules d'oxydes piégés suivant le sens d'écoulement du liquide.

La cartographie EBSD de la section longitudinale en milieu, possédant une zone équiaxe fine, est donnée sur la **Figure 3-47 a**. Elle confirme la nature très fine des grains équiaxes. La taille des grains moyenne est de 14,1 μm. Le taux des joints maclés est égal à 3,5 %. La microtexture est préférentiellement Fibre <111> avec une intensité de 11,45. La zone équiaxe dans le dépôt Laser/Poudre se trouve en bas d'un cordon en zig-zag, a une allure de A et ressemble à W du procédé Arc/Fil. Les plus petits grains se situent dans la zone de convection du métal liquide dans le bain. La cartographie EBSD de la section longitudinale milieu avec un zoom sur la zone équiaxe fine, est donnée sur la **Figure 3-47 d**. La taille des grains moyenne est de 8 μm. Le taux des joints maclés est égal à 6,03 %. La microtexture est aléatoire avec une intensité de 2,69 comme le montre les figures de pôles. Cette valeur de l'intensité (MUD) est caractéristique de structures isotropes, aléatoires.



**Figure 3-47 :** a) Cartographie EBSD en IPF-BD de la transition colonnaire équiaxe dans le dépôt Laser/Poudre dans la section longitudinale milieu ; b) Carte, montrant les joints des grains faiblement désorienté en rouge ; c) Carte des désorientations locales ; d) Cartographie EBSD en IPF-BD de la section longitudinale milieu avec un zoom sur la zone équiaxe fine dans le dépôt Laser/Poudre ; e) Figure de pôle.

#### 4. Comparaison des procédés

Pour chaque procédé nous avons repris dans le **Tableau 3-1**, la moyenne de la taille de grains colonnaires en  $\mu\text{m}^2$ , la variation des espacements dendritiques primaires dans une couche déposée, la fraction des

### Chapitre 3. Formation des structures

zones équiaxes par rapport à la surface totale de la section et la présence des ségrégations dans les zones équiaxes. On observe que la taille des grains colonnaires est maximale dans le procédé Arc/Fil et minimale dans le procédé Laser/Poudre. La même tendance est observée pour les espacements interdendritiques primaires. La fraction surfacique des zones équiaxes a été mesurée dans la section qui en présente le plus pour chaque procédé : section longitudinale ¼ pour le procédé Arc/Fil, transversale pour le procédé Laser/Fil et section longitudinale à 2 mm du bord pour le procédé Laser/Poudre. La fraction surfacique est très faible pour le procédé Laser/Fil, la formation des structures équiaxes arrive pendant le régime transitoire au début de la construction du mur. Le procédé Arc/Fil possède les zones équiaxes périodiques, mais leurs fraction surfacique tend vers quelques pourcents. La fraction des zones équiaxes est maximale dans le cas du procédé Laser/Poudre. La présence des ségrégations à l'intérieur de la zone équiaxe est très marquée dans le procédé Arc/Fil.

**Tableau 3-1 :** Comparaison des procédés Arc/Fil, Laser/Fil et Laser/Poudre en terme de la formation des structures.

Procédé	Taille moyenne des grains colonnaires, $\mu\text{m}^2$	PDAS moyen, $\mu\text{m}$	Fraction des zones équiaxes, %	Ségrégations dans les zones équiaxes
Arc/Fil	7318	5,5 – 31,5	2,77	Oui
Laser/Fil	3876	7 – 20	0,89	Non
Laser/Poudre	2662	3 – 12	9,5	Non

Le procédé Arc/Fil possède la structure la plus isotrope en terme de texture en comparaison avec la structure du procédé Laser/Fil. Les orientations préférentielles de la croissance cristalline pendant la solidification ne sont pas les mêmes suite à la stratégie complexe de lasage et la variation locale du gradient thermique. La taille des grains et des espacements interdendritiques sont proches entre les procédés Arc/Fil et Laser/Fil. Localement, la quantité de chaleur apportée est la plus élevée dans le cas du procédé Arc/Fil, particulièrement pendant le passage dans la section en un quart ou la vitesse de la torche est minimale, favorisant la TCE dans le bas du bain liquide. L'oscillation d'arc fait préchauffer localement le bain liquide, en augmentant sa taille et par conséquent diminue le gradient thermique dans la zone pâteuse. Une zone en surfusion se forme en bas du bain liquide près de l'interface. Les pulsations d'arc perturbent les isothermes de solidus et liquidus, favorisant la fragmentation des dendrites et bloquent la croissance colonnaire. Des traces de symétrie pentagonale témoignant de germination assisté par l'ISRO ont été observées. Plusieurs types de structures se trouvent à l'intérieur de la zone équiaxe. Les zones équiaxes cassent la texture colonnaire et par le mécanisme de Transition Equiaxe-Colonnaire permettent d'affiner les grains colonnaires.

Dans le cas du procédé Laser/Fil avec la stratégie de déposition simple, la texture de solidification est plus prononcée. L'anisotropie des propriétés mécaniques doit être plus marquée. Malgré la stratégie de dépôt simple, l'oscillation du laser permet d'avoir une zone en surfusion en bas du bain liquide et de favoriser la TCE en tout début de construction du mur et disparaît tout de suite : effectivement la surfusion thermique est plus élevée, car le cordon se fait déposer sur un substrat plus froid (premier cordon à déposer, sans support latéral des autres cordons). On retrouve le type de structures comparables au dépôt Arc/Fil à l'intérieur de la zone équiaxe.

Le dépôt Laser/Poudre, combinant deux stratégies de dépôt (longitudinal + zig-zag), possède la structure la plus isotrope en terme de texture. On observe une variation des orientations préférentielles de croissance des grains colonnaires. La taille des grains et les espacements interdendritiques sont les plus petits. La stratégie d'oscillation d'arc favorise la TCE dans le dépôt : le préchauffage local du bain liquide diminue le gradient thermique à l'intérieur du bain et la zone en surfusion se forme proche de l'interface du bain à la frontière avec le cordon déposé précédemment. Dans cette zone, la fragmentation des dendrites et la germination hétérogène sont possibles. La TCE se forme dans le dépôt longitudinal comme

### Chapitre 3. Formation des structures

le témoin le dernier cordon déposé, où la zone équiaxe est continue. Dans le cas de dépôt Poudre les particules de poudre non-fondues peuvent également servir comme source de germination hétérogène, ce qui explique les structures étoilées. Les oxydes coincés se retrouvent aussi à l'intérieur des zones équiaxes.

Il faut remarquer que l'alliage 625 avec ses propriétés thermophysiques pendant la solidification, qui donnent un bain liquide convexe, et la teneur solutale élevée possède la probabilité importante de former une zone en surfusion en bas du bain liquide. En plus, la forme et la courbure de l'interface du bain liquide joue un rôle dans la TCE.

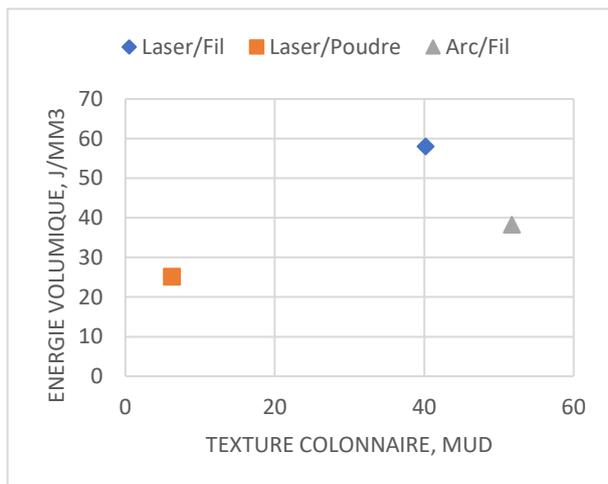
Les paramètres des procédés et les énergies caractéristiques calculées sont donnés dans le **Tableau 3-2**. L'énergie linéique est maximale pour le procédé Arc/Fil (A-F), surtout au cours du passage en 1/4 de la section. L'écart de l'énergie entre les coupes 1/2 et 1/4 s'explique principalement par la différence de la vitesse du dépôt. L'énergie déposée est plus faible pour Laser/Fil (L-F) et la plus petite pour Laser/Poudre (L-P). L'énergie volumique est plus faible que l'énergie linéique, mais est toujours plus élevée pour les procédés Arc/Fil et Laser/Fil que dans le cas du procédé Laser/Poudre.

**Tableau 3-2 :** Comparaison des paramètres des procédés et énergies caractéristiques calculées.

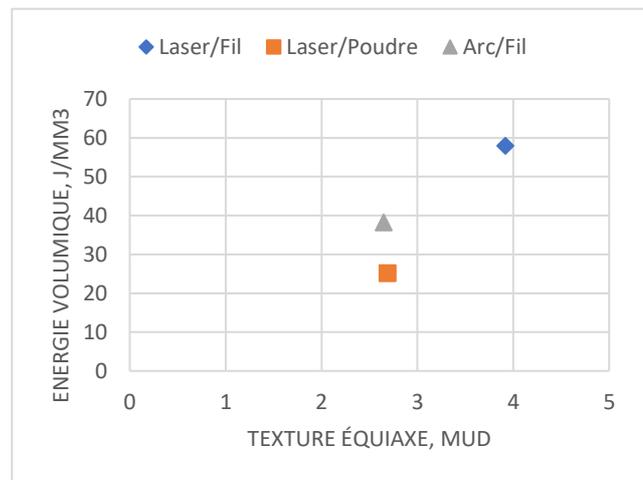
	Puissance, W	Vitesse d'avance, mm/s	Energie linéique, J/mm	Energie surfacique, J/mm <sup>2</sup>	Energie volumique, J/mm <sup>3</sup>
<b>A-F Coupe 1/2</b>	6000	28,12	213	115	38
<b>A-F Coupe 1/4</b>	6000	2,33	2575	2111	704
<b>L-F</b>	6800	8,33	816	128	58
<b>L-P Longitudinale</b>	4300	33,33	129	50	35
<b>L-P Zig-Zag</b>	4300	47	91	35	25

En ce qui concerne la texture (**Figure 3-48**), on observe que dans la zone colonnaire les dépôts Arc/Fil et Laser/Fil montre une intensité de texture la plus élevée (MUD = Multiples of uniform density). En revanche pour le dépôt Laser/Poudre, l'intensité de la texture est beaucoup plus faible, car l'énergie volumique est plus faible pour le dépôt Laser/Poudre. Pour la zone équiaxe, on voit que la texture est « naturellement » aléatoire.

a)



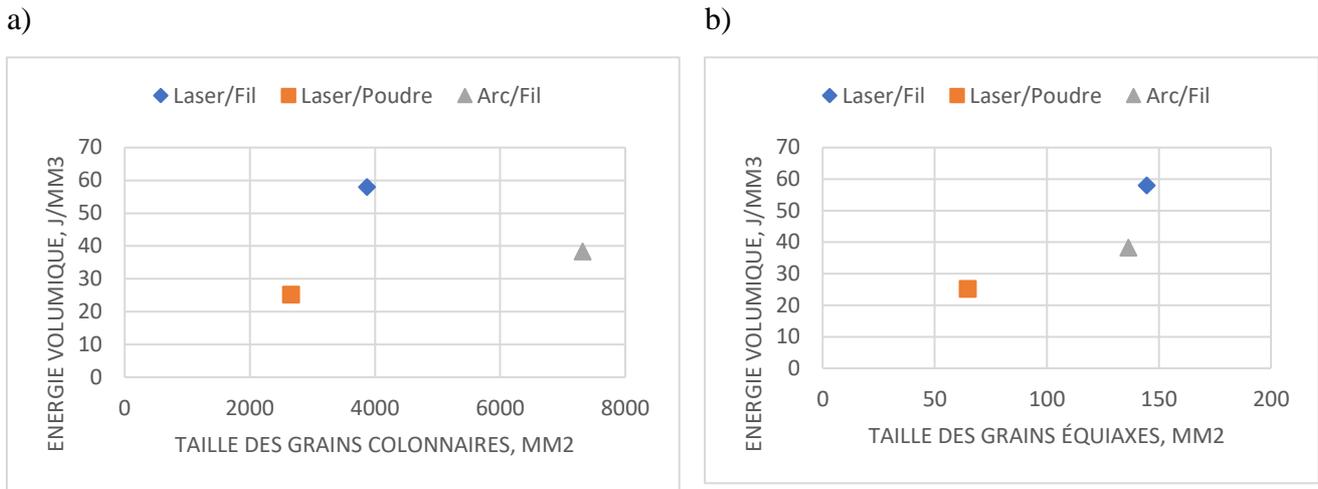
b)



**Figure 3-48 :** Lien entre les énergies caractéristiques pour chaque procédé et la texture colonnaire et équiaxe.

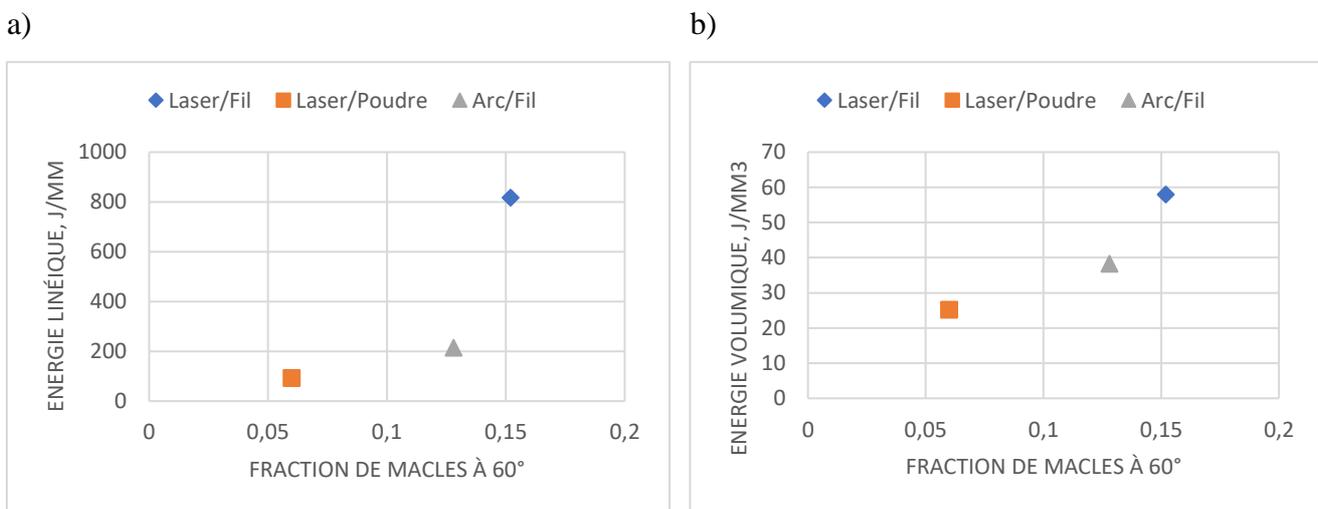
## Chapitre 3. Formation des structures

La taille des grains colonnaires est la plus grande (**Figure 3-49**) pour Arc/Fil, et la plus faible pour Laser/Fil. La taille des grains équiaxes est similaire entre Laser/Fil et Arc/Fil, et plus petite pour Laser/Poudre. De plus, on observe que la taille des grains équiaxes augmente avec l'énergie volumique.



**Figure 3-49 :** Lien entre les énergies caractéristiques pour chaque procédé et la taille des grains colonnaires et équiaxes.

La fraction maclée augmente avec l'augmentation de la quantité de chaleur apportée et de l'énergie volumique de même façon (**Figure 3-50**). Mais la valeur de fraction maclée est toujours plus basse que pour l'alliage conventionnel (0,48) ou l'alliage issu de la FA après traitement thermique (chapitre 5) (0,49). On note par ailleurs une relation entre la taille des grains équiaxes et la fraction mâclée.



**Figure 3-50 :** Lien entre les énergies caractéristiques pour chaque procédé et la fraction de macles à 60°.

## 5. Conclusion

La microstructure des trois procédés étudiés confirme la dominance des structures colonnaires. Néanmoins les transitions, notamment la transition colonnaire/équiaxe, sont possibles dans la structure de l'alliage 625.

Dans le cas du procédé Arc/Fil la thermique joue un rôle prépondérant dans cette transition. Les oscillations de la source d'énergie nécessaires afin d'élargir le bain liquide permettant d'atteindre les

### Chapitre 3. Formation des structures

vitesses de dépôt requises vont former une zone en surfusion en bas du bain. Ensuite les pulsations de la source d'énergie permettent de perturber les isothermes de liquidus et solidus, favorisant la fragmentation des dendrites et la germination des nouveaux grains. Cette combinaison permet de « casser la texture », mais aussi « localement » d'affiner quelque peu la taille des grains de ce procédé « naturellement la plus grossière » et peut être une piste à explorer. La fraction de macles la plus élevée pour le dépôt Arc/Fil témoigne également de l'importance du recuit dans ce procédé, également traduit par l'observation de la précipitation de la phase  $\delta$ .

Dans le procédé Laser/Fil, les vitesses élevées de dépôt conduisent à un choix de lasage en aller simple. Mis à part certaines zones équiaxes, qui n'arrivent que pendant le régime transitoire en bas du mur, la structure est entièrement colonnaire. Dans ce cas, la texture est naturellement plus développée et seuls les recouvrement des cordons conduisent quelque-peu à un affaiblissement de celle-ci par un mécanisme de branchement latéral. Les vitesses de refroidissement élevées conduisent à un affinement de la structure, et le niveau de ségrégation est faible.

Dans le procédé Laser/Poudre c'est encore une fois les oscillations de la source d'énergie qui permettent de former des zones équiaxes de façon similaire au dépôt Arc/Fil conduisant à la texture la plus faible des procédés. Dans ce cas, la structure (taille de grain colonnaire, DAS) est la plus fine, résultant de la combinaison de l'énergie volumique la plus faible et de l'affinement par la taille des grains de la zone équiaxe. La ségrégation dans ces zones est plus faible, ne conduisant pas à l'apparition de phase delta, mais témoigne également de la présence de convection. La fragmentation de bras secondaire, et la germination sur des particules de poudre en cours de refusion sont les hypothèses privilégiées pour expliquer l'ensemencement de ces zones surfondues.

### 6. Références

- [1] David S A, Babu S S and Vitek J M 2001 Recent advances in modelling and characterisation of weld microstructures *Science and Technology of Welding and Joining* **6** 341–6
- [2] Lei Y, Aoyagi K, Aota K, Kuwabara K and Chiba A 2021 Critical factor triggering grain boundary cracking in non-weldable superalloy Alloy713ELC fabricated with selective electron beam melting *Acta Materialia* **208** 116695
- [3] Silva C C, Miranda H C de, Motta M F, Farias J P, Afonso C R M and Ramirez A J 2013 New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay *Journal of Materials Research and Technology* **2** 228–37
- [4] Wang H M, Zhang J H, Tang Y J, Hu Z Q, Yukawa N, Morinaga M and Murata Y 1992 Rapidly solidified MC carbide morphologies of a laser-glazed single-crystal nickel-base superalloy *Materials Science and Engineering: A* **156** 109–16
- [5] Després A, Mayer C, Veron M, Rauch E F, Bugnet M, Blandin J-J, Renou G, Tassin C, Donnadiou P and Martin G 2021 On the variety and formation sequence of second-phase particles in nickel-based superalloys fabricated by laser powder bed fusion *Materialia* **15** 101037
- [6] DuPont J N, Lippold J C and Kiser S D 2009 *Welding Metallurgy And Weldability Of Nickel-Base Alloys* (Book Hoboken, N.J: John Wiley & Sons)
- [7] Gandin C-A Juin 2021 Solidification Rapide. Ecole de solidification CNRS.

## **Chapitre 4. Formation de la zone Hybride – Laser/Fil/Poudre**

1. Macrostructure .....	98
2. Microstructure .....	99
2.1. Microstructure du dépôt Fil.....	99
2.2. Microstructure du dépôt Poudre.....	101
2.3. Transition Fil/Poudre.....	102
2.4. Autre mécanisme de sélection - Grains non-fondus et affinement des grains .....	108
2.5. Analyse de dimensionnement de la transition Fil/Poudre dans le mur escalier .....	110
3. Discussions.....	112
3.1. Grains surfaciques non-fondus.....	112
3.2. Croissance épitaxiale et sélection de l'orientation des grains .....	112
3.3. Zone de transition Fil/Poudre.....	113
4. Conclusion et perspectives .....	113
5. Références .....	113

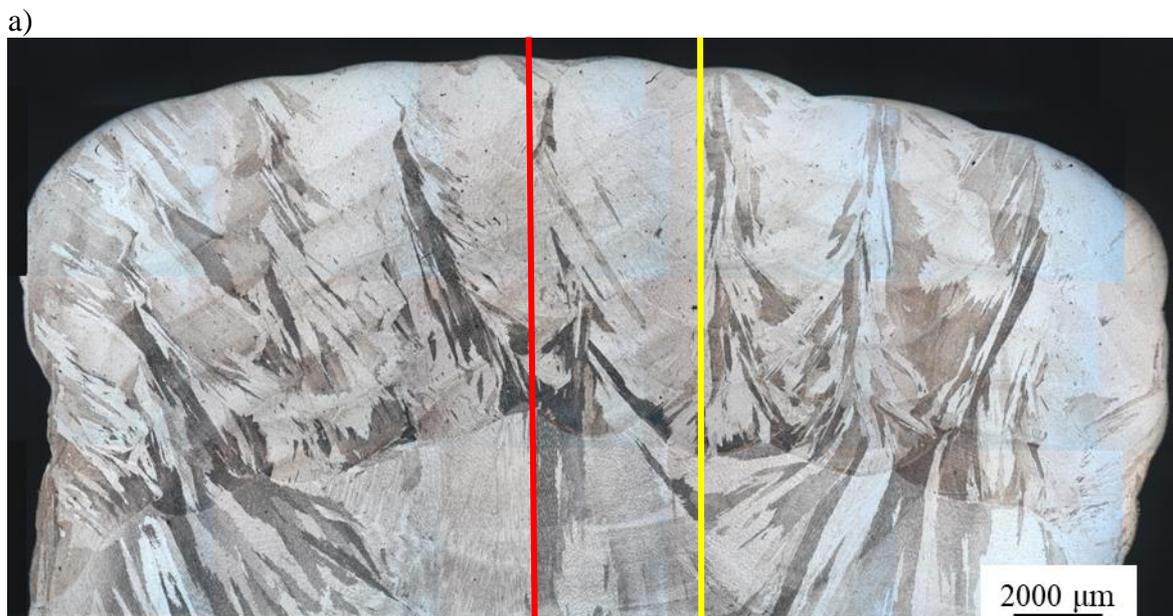
## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride

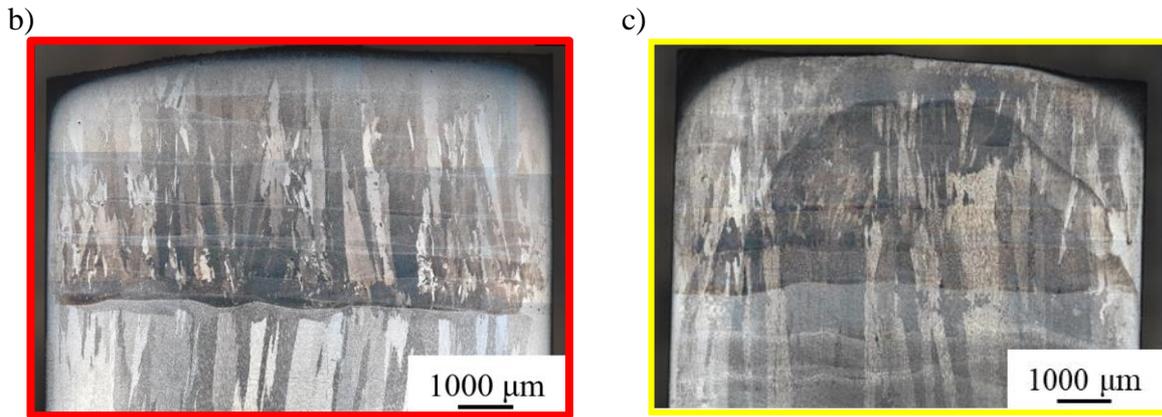
Le dépôt Hybride est un cœur de projet PAM-PROD pour assurer la transition Fil (grande vitesse de dépôt) – Poudre ( finition). Il y a une forte nécessité de comprendre l'établissement des structures et des contraintes afin de s'assurer des propriétés mécanique pendant la transition. Le mur escalier a été fabriqué pour répondre à ces questions.

Les transitions Hybrides de ce type ne sont pas bien décrites dans la littérature, en termes d'établissement de la microstructure et de sélection des grains à travers l'interface, de la forme géométrique de l'interface et de leur influence potentielle sur les propriétés mécaniques. Il n'existe pas de données sur la transition DED Fil/Poudre, ainsi que sur la formation de la microstructure dans le cas d'un dépôt en aller simple pour les deux parties de la jonction. L'influence des conditions thermiques sur le mode de solidification n'a pas été mentionnée auparavant. Aussi il n'est pas clair comment la transition se passera dans le cas de la jonction Hybride Fil/Poudre : comme dans le cas d'un substrat plan avec une microstructure fine modélisé dans [1] ou complètement différent. La transition Hybride pourrait être un point faible dans la FA des dépôts à grande échelle. La fusion et le refroidissement rapides, les cycles thermiques multiples conduisent à un niveau élevé de contraintes résiduelles, de ségrégations, qui dépendent du procédé utilisé et plus précisément de l'énergie apportée [2,3]. La porosité, les manques de fusion, les particules non-fondues sont des défauts typiques de la FA. Des phases indésirables peuvent également se former et nuire aux propriétés mécaniques [6].

### 1. Macrostructure

La macrostructure de la transition Fil/Poudre avec 6 couches de poudre est présentée sur la **Figure 4-1**. La coupe transversale (**Figure 4-1 a**), longitudinale en 1/2 (**Figure 4-1 b**) (repère rouge sur la figure 4-1 a) et longitudinale à 3 mm de profondeur (**Figure 4-1 c**) (repère jaune sur la figure 4-1 a) montrent la formation de la microstructure globale et la sélection des grains à travers l'interface Fil/Poudre et le dépôt des couches de poudre. L'établissement des structures sera analysé plus en détail dans les parties suivantes.





**Figure 4-1 :** Macrostructure de la transition Fil/Poudre en MO : a) Coupe transversale ; b) Coupe longitudinale milieu ; c) Coupe longitudinale de 3 mm plus sur le côté.

## 2. Microstructure

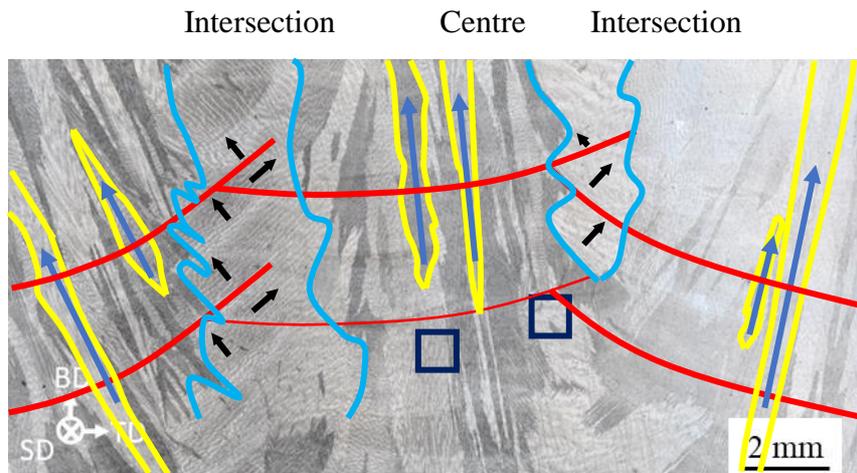
Dans cette partie, nous décrivons en premier la microstructure du régime permanent « Fil » puis du régime permanent « Poudre » pour ensuite décrire la zone de transition.

### 2.1. Microstructure du dépôt Fil

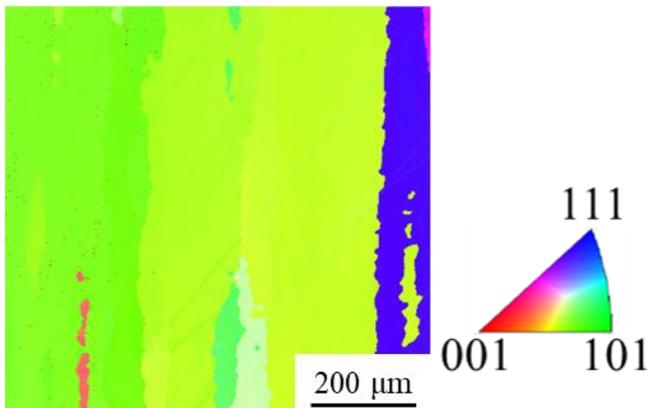
Le dépôt fil est élaboré à partir de 3 cordons déposés longitudinalement. Ces 3 cordons possèdent 2 zones d'intersection et 3 zones centrales. Une microstructure caractéristique est présentée sur la **Figure 4-2**. La microstructure du dépôt de Fil a une distribution bimodale de taille des grains. La taille des grains a été mesurée comme étant le petit axe elliptique pour deux modes de distribution ( $\bar{D}_1$  et  $\bar{D}_2$ ), séparément. Ensuite, les valeurs ont été moyennées pour chaque mode de distribution. Ainsi,  $\bar{D}_1$  caractérise plus les grains dendritiques colonnaires de la zone centrale des cordons et  $\bar{D}_2$  caractérise les grains dendritiques colonnaires de la zone d'intersection des cordons. La zone centrale des cordons est constituée de longs grains colonnaires (marqués jaune sur la **Figure 4-2**), qui pour une partie se développent à travers plusieurs couches, et pour le reste forment des nouveaux grains par événements de nucléation. Cette zone présente une orientation typique des grains de type Goss  $\langle 001 \rangle$  due à la direction du gradient thermique pendant la solidification, avec une taille de grains de  $\bar{D}_1 = 22,9 \mu\text{m}$  ;  $\bar{D}_2 = 330,5 \mu\text{m}$ , et principalement des joints de grains de faible désorientation. Les cordons proches du bord du mur présentent des grains plus inclinés en raison de la direction d'extraction de la chaleur pendant la solidification. La zone d'intersection présente des événements de nucléation rares avec une prédominance d'énormes grains (surlignés en bleu sur la **Figure 4-2**), croissant de manière épitaxiale, mais changeant la direction de la croissance dendritique de leurs grains d'un cordon déposé à l'autre, ce qui est typique du matériau CFC, en raison de la symétrie cubique  $\langle 100 \rangle$  (mécanisme de branchement par les côtes) [5].

## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride

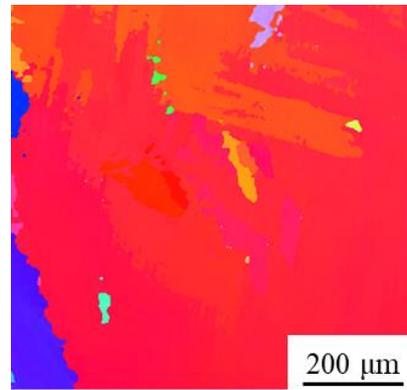
a)



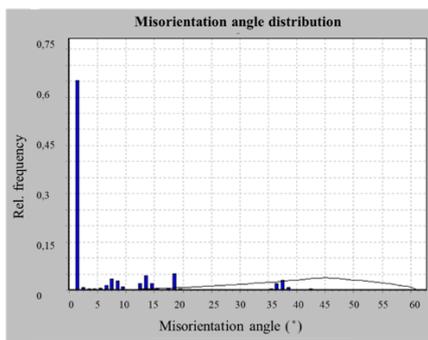
b)



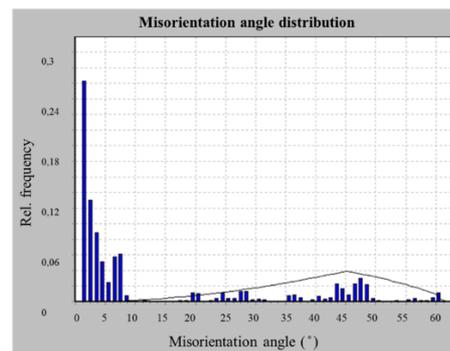
c)



d)

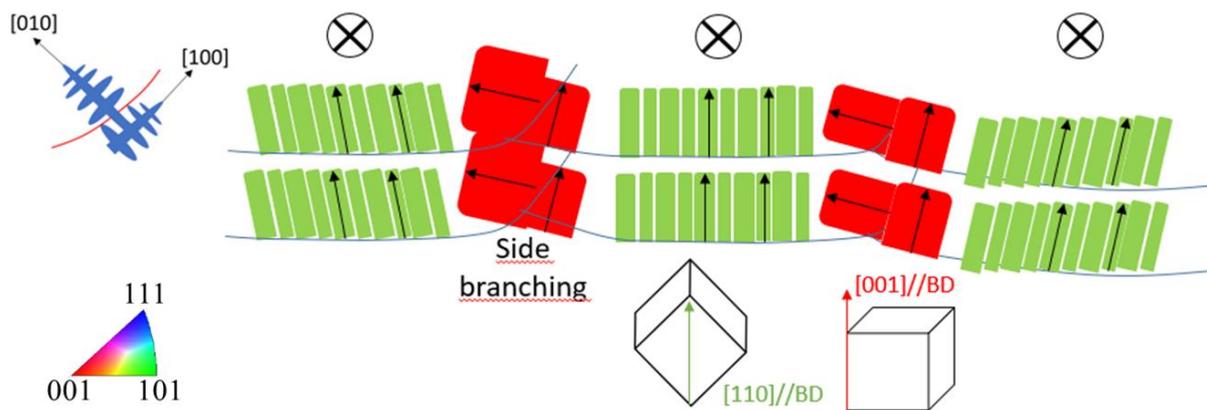


e)



**Figure 4-2 :** Microstructure représentative du dépôt Fil : a) Structure du dépôt de Fil en MO ; Cartographie EBSD : b) Zone centrale du cordon ; c) Zone d'intersection des cordons ; d)-e) Leurs distribution angulaire des joints des grains.

La formation de la microstructure dans le régime continu du Fil est schématiquement représentée sur la **Figure 4-3**.

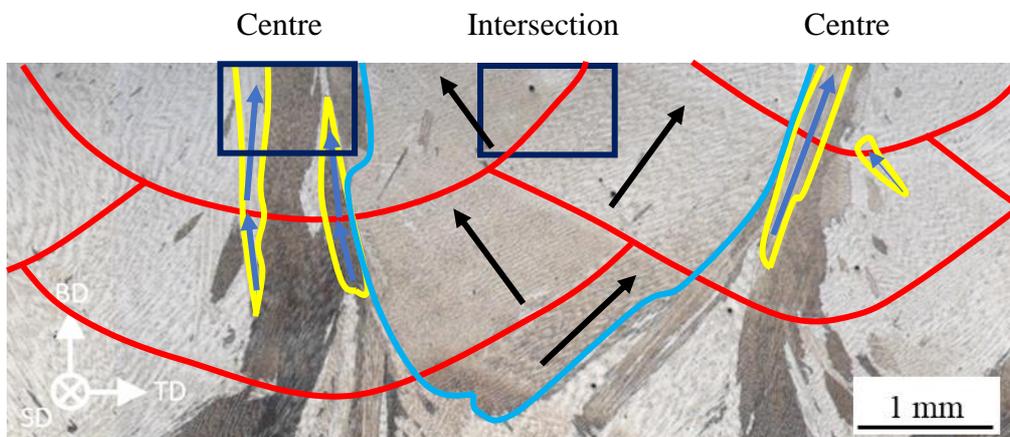


**Figure 4-3 :** Microstructure schématique du régime continu du dépôt Fil.

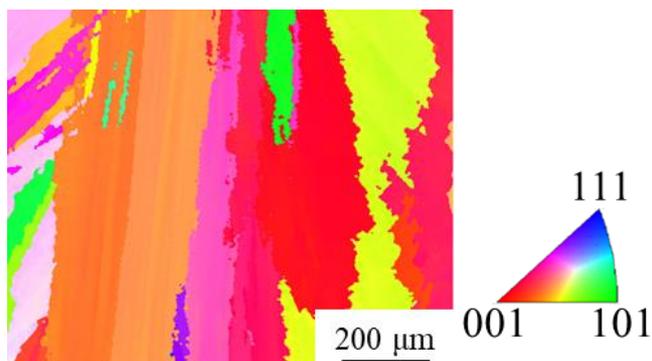
## 2.2. Microstructure du dépôt Poudre

La microstructure représentative du dépôt de poudre est représentée sur la **Figure 4-4**. Au total, il y a 9 zones « centrales » de cordons pour 8 zones d'intersection des cordons. A contrario de la microstructure du fil, d'énormes grains dendritiques colonnaires (marqués bleu sur la **Figure 4-4**), croissent principalement de manière épitaxiale, dans la zone d'intersection des cordons ( $\bar{D}_2 = 531,5 \mu\text{m}$ ), ces gros grains dominant des petits grains dendritiques colonnaires (marqués jaune sur la **Figure 4-4**) formés dans la zone centrale de superposition des cordons. Les grains de la zone centrale du cordon ( $\bar{D}_2 = 203,7 \mu\text{m}$ ) ont une orientation cubique  $\langle 001 \rangle$  et l'on observe également une germination de nouveaux grains à ces endroits se traduisant par de nombreux joints de haute désorientation. Les énormes grains de la zone d'intersection des cordons ont une orientation de  $\langle 111 \rangle$ , et texture fibre parallèle à la direction du scan de laser (SD). Ces gros grains, sont séparés par des joints de grains de faible désorientation.

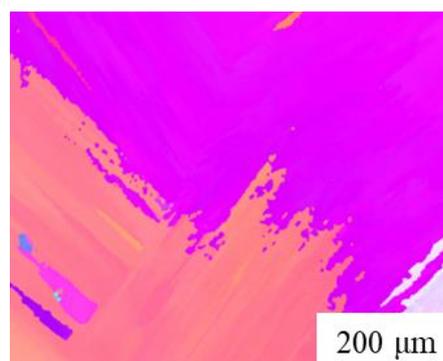
a)

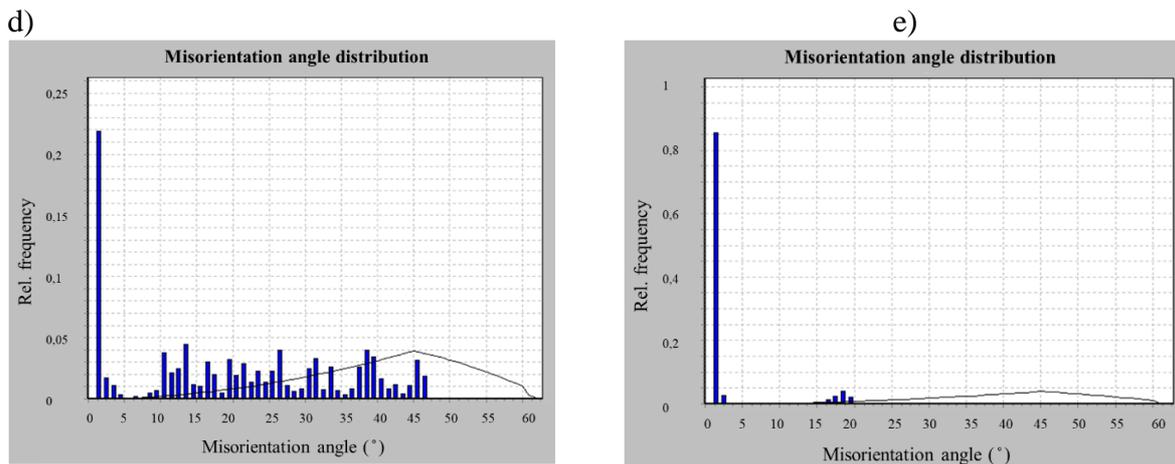


b)



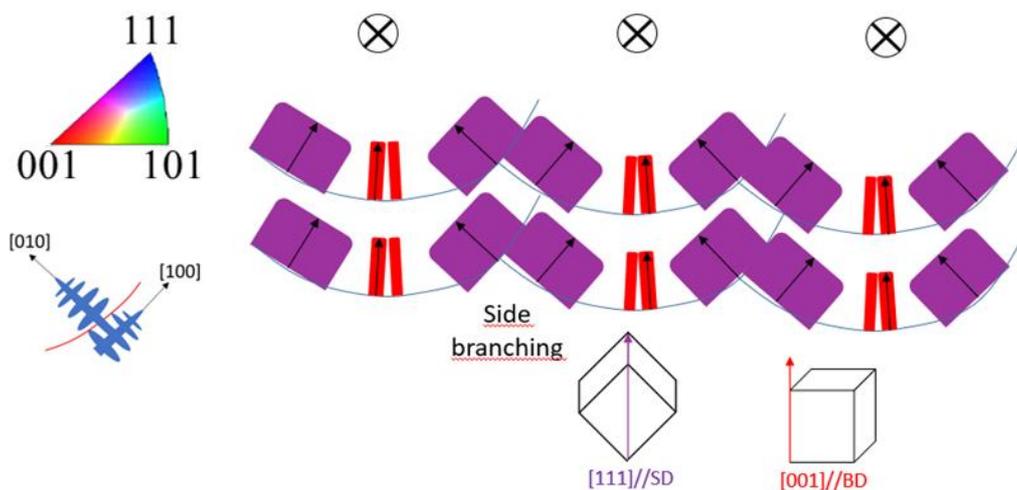
c)





**Figure 4-4 :** Microstructure du dépôt de poudre : a) Structure du dépôt de Poudre en MO ; Cartographie EBSD : b) Zone centrale du cordon, c) Zone d'intersection des cordons, d)-e) Leurs distribution angulaire des joints des grains.

La formation de la microstructure dans le régime continu de poudre est schématiquement représentée sur la **Figure 4-5**.

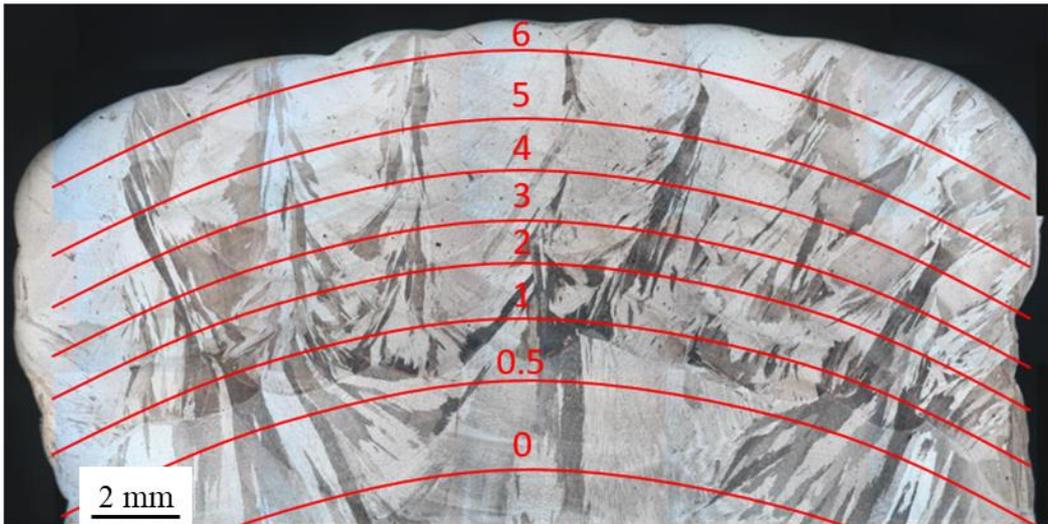


**Figure 4-5 :** Microstructure schématique du régime continu du dépôt poudre.

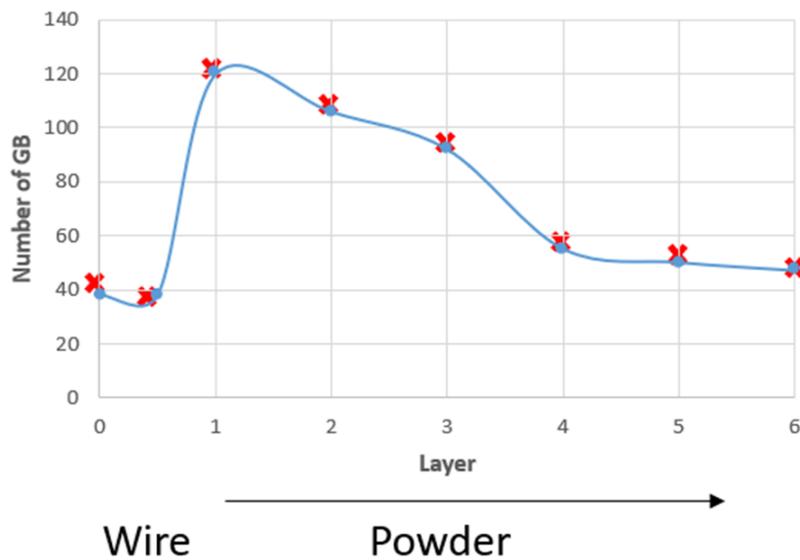
### 2.3. Transition Fil/Poudre

Tout d'abord, si on regarde sur la transition Fil/Poudre on remarque que le nombre des grains augmente dans cette zone. La mesure du nombre des joints des grains (inversement proportionnel à la taille des grains), suivant une ligne avec la courbure pour rester dans la même couche, nous donne une valeur stationnaire pour la partie Fil, ensuite une augmentation brusque et la diminution lente vers la valeur stationnaire de la partie Poudre vers la quatrième couche (**Figure 4-6**). On remarque aussi que cette valeur est proche pour les deux dépositions. Ceci est possible car l'énergie volumique pour les deux cas est proche avec la même quantité de matière déposée.

a)



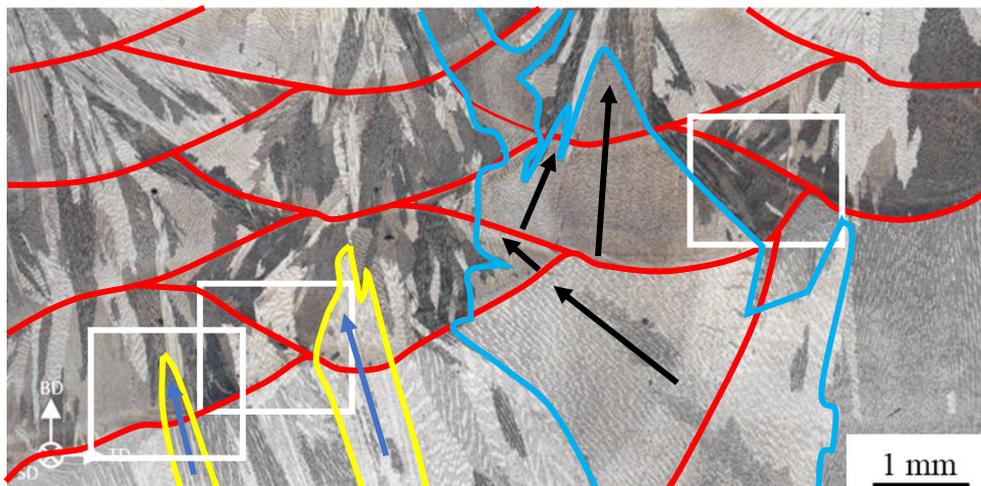
b)



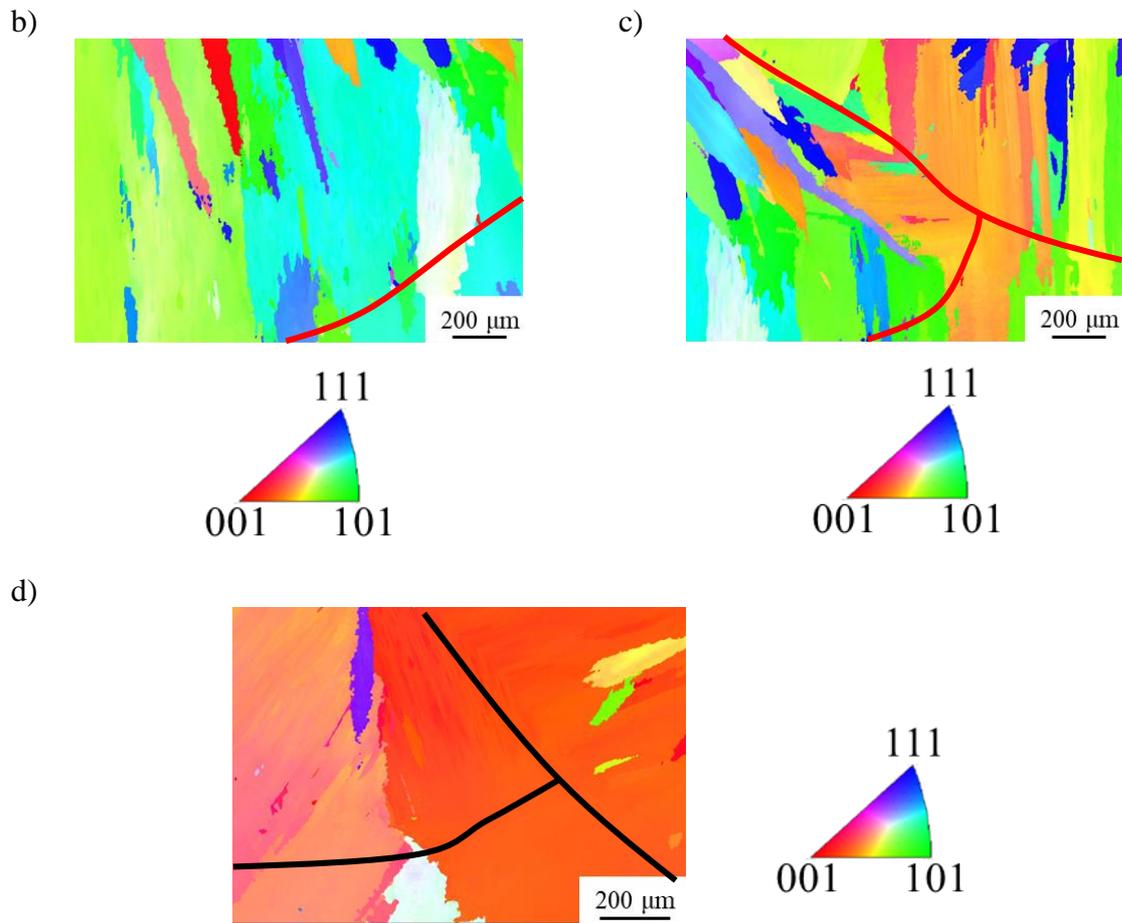
**Figure 4-6 :** Nombre de joints de grains dans les couches déposées de la jonction Hybride : a) Microscopie optique montrant la zone de mesure ; b) Graphe représentant la répartition du nombre des joints des grains.

La microstructure de la transition Fil/Poudre est présentée sur la **Figure 4-7**.

a)

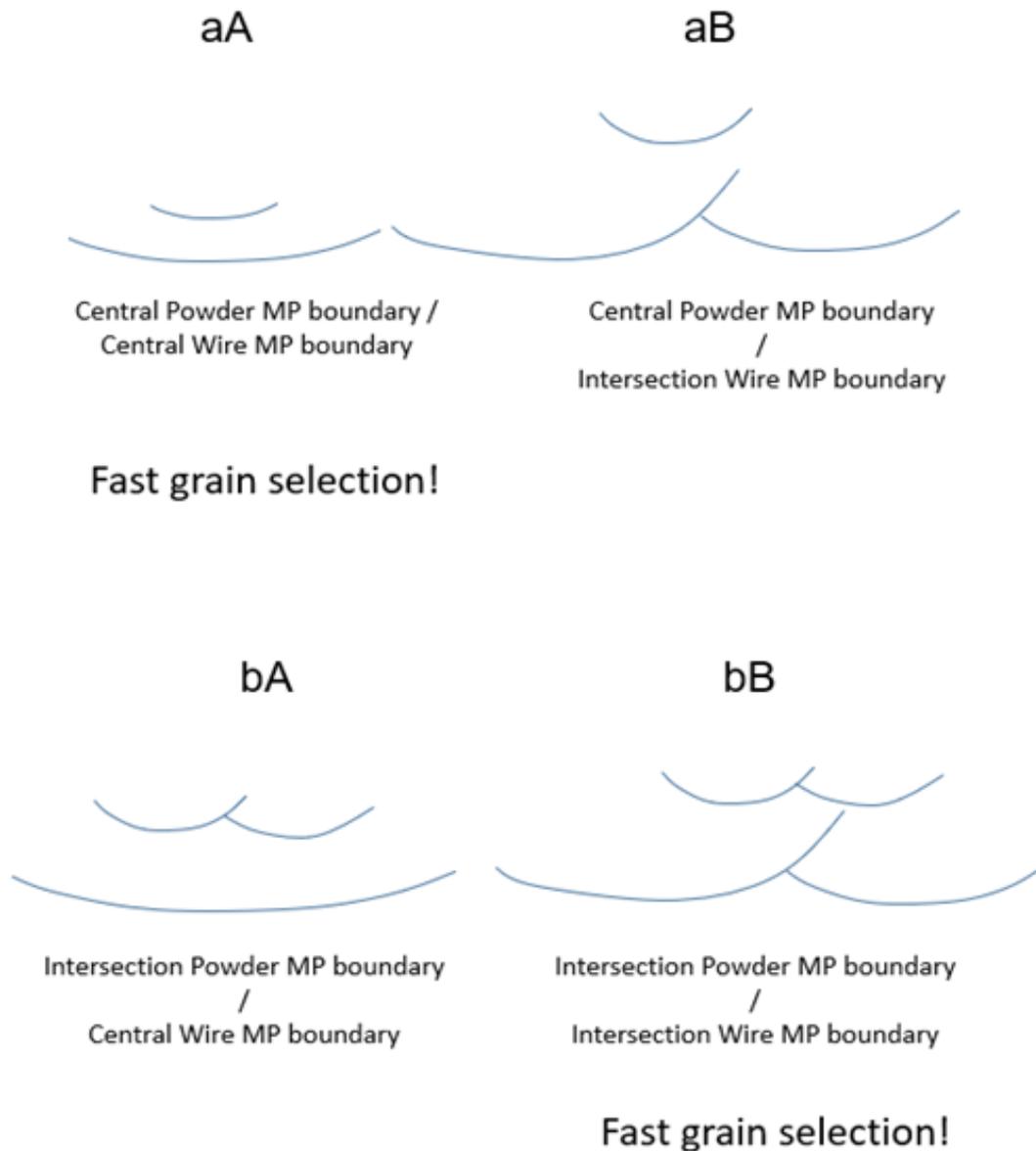


## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride



**Figure 4-7 :** a) Image optique de la transition ; Cartographies EBSD de la transition Fil/Poudre : b) Zone centrale de la Poudre déposée sur la zone centrale du Fil (aA) ; c) Zone d'intersection de la Poudre déposée sur la zone centrale du Fil (bA) ; d) Zone d'intersection de la Poudre déposée sur la zone d'intersection du Fil (bB).

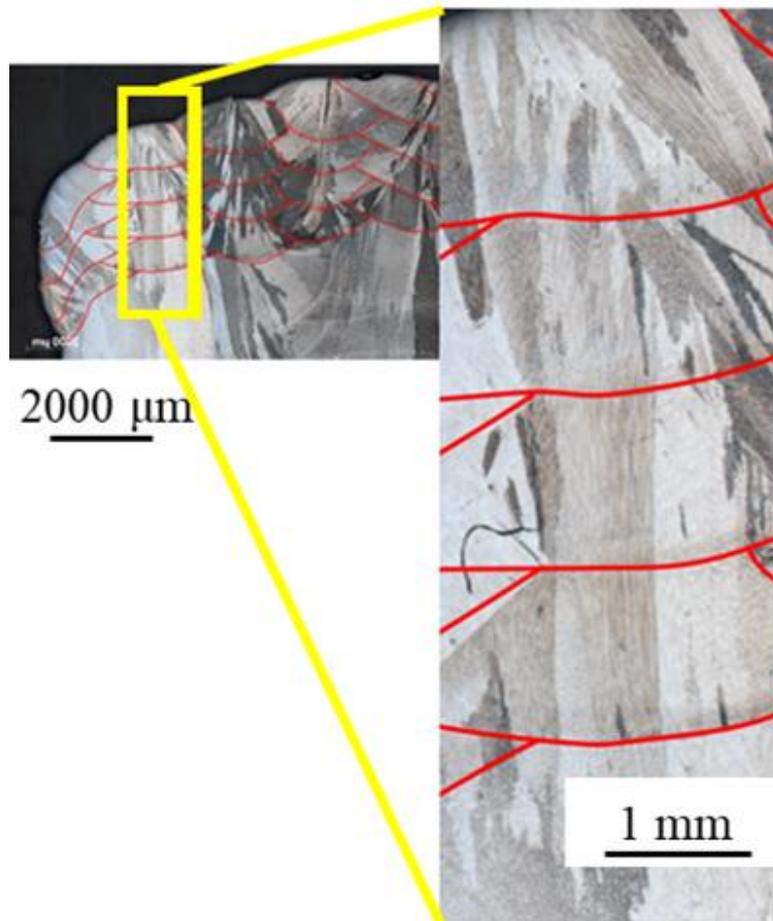
La transition Fil/Poudre possède une microstructure complexe qui peut être décomposée en 4 cas principaux, comme c'est montré sur la **Figure 4-8** :



**Figure 4-8 :** Schéma des quatre cas possibles de la transition Fil/Poudre.

- **1<sup>er</sup> cas : zone centrale de poudre, déposée sur la zone centrale du Fil (aA) (Figure 4-7 b ; Figure 4-9).**

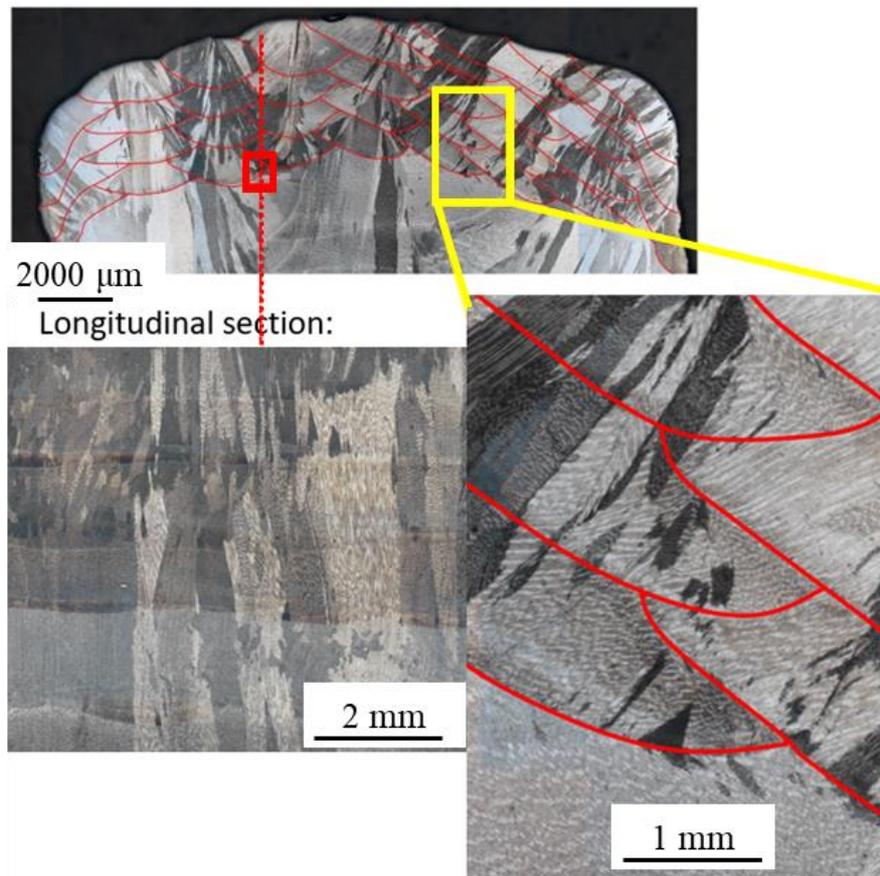
Les grains dendritiques colonnaires de la zone centrale du Fil croissent de manière épitaxiale à travers l'interface Fil/Poudre avec la conservation de leurs orientations et ils sont sélectionnés par les couches successives de poudre pour donner une orientation cubique des grains  $\langle 001 \rangle$  dans la zone centrale du cordon de poudre. Cette sélection des grains est rapide et se passe dans une couche de poudre. La germination des grains peut se produire à l'interface Fil/Poudre dans ce cas, mais elle est minimale. L'interface du bain liquide est plate, ce qui aide à cette sélection des grains rapide.



**Figure 4-9 :** Images optiques de la zone centrale de poudre déposée sur la zone centrale du Fil (cas aA).

- **2<sup>ème</sup> cas : zone d'intersection de poudre, déposée sur la zone d'intersection du Fil (bB) (Figure 4-7 d ; Figure 4-10).**

Dans ce cas, de gros grains colonnaires, croissent en épitaxie avec une germination minimale. Cette sélection de grains est rapide : une seule couche de poudre pourrait être suffisante. Avec la sélection des grains, les gros grains de cette zone donnent directement l'orientation de grains Fibre  $\langle 111 \rangle$ , qui pourraient même remplacer les grains colonnaires de la zone centrale de poudre. L'interface du bain liquide qui n'est pas plane cette fois, facilite les orientations multiples, qui peuvent participer dans la sélection des grains.



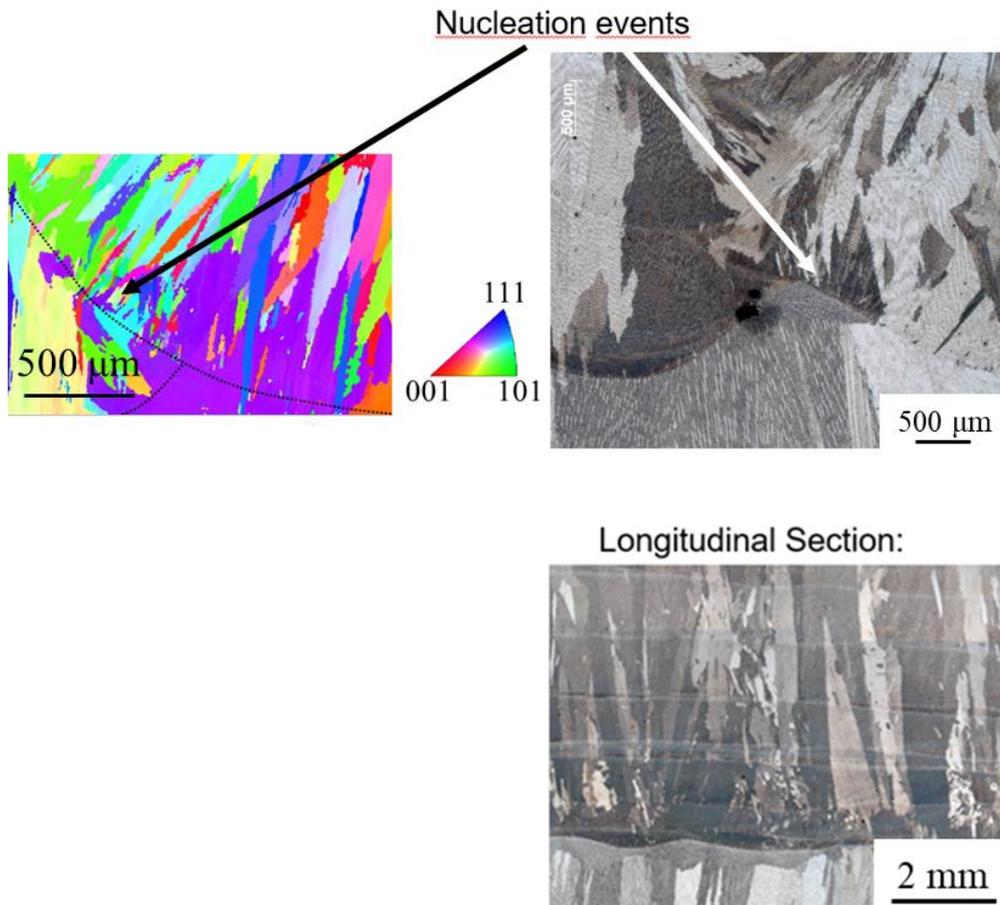
**Figure 4-10 :** Images optiques montrant la zone d'intersection de poudre déposée sur la zone d'intersection du Fil (cas bB).

- **3<sup>ème</sup> cas zone d'intersection de poudre, déposée sur la zone centrale du Fil (bA) (Figure 4-7 c).**

Les grains dendritiques colonnaires de la zone centrale du Fil se développent partiellement de manière épitaxiale à travers l'interface Fil/Poudre. En avant de l'interface on observe néanmoins la nucléation de nouveaux grains. Comme on l'a vu dans le régime permanent du cordon poudre, la zone d'intersection des cordons de poudre « devrait » conduire à une orientation Fibre  $\langle 111 \rangle$  pour former un énorme grain dendritique colonnaire. Au lieu de cela, la zone d'intersection des cordons de poudre donne une orientation cubique  $\langle 001 \rangle$ , « imposée » par la zone centrale des cordons de poudre. En conséquence, la sélection de grains nécessite au moins trois couches de poudre pour atteindre le régime permanent.

- **4<sup>ème</sup> cas : zone centrale de poudre, déposée sur la zone d'intersection du Fil (aB) (Figure 4-11).**

Les grains colonnaires dendritiques traversent parfois l'interface Fil/Poudre par épitaxie, mais la germination devient importante aussi dans ce cas. On observe des phénomènes multiples de germination de nouveaux petits grains à l'interface fil/poudre dans les sections transversale et longitudinale.



**Figure 4-11 :** Carte EBSD et images optiques, montrant la zone centrale de la Poudre, déposée sur la zone d'intersection du Fil (aB).

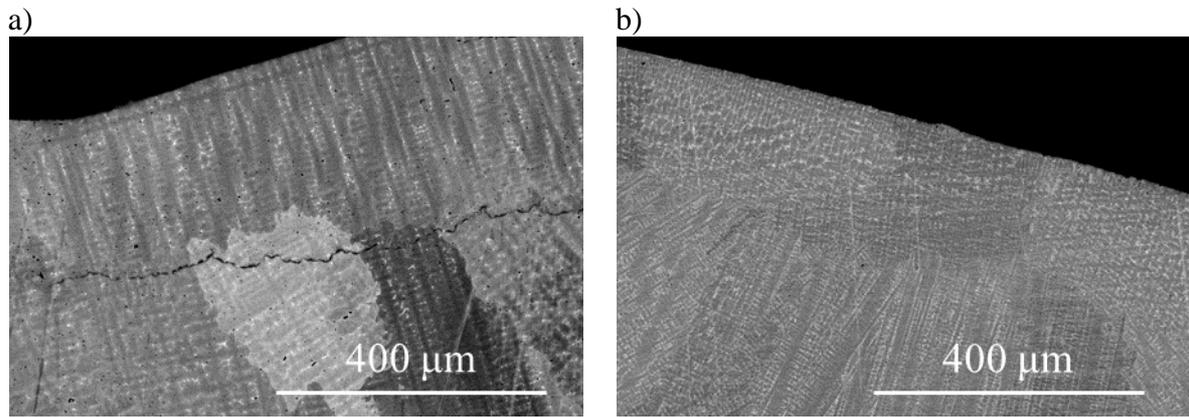
La compétition de ces différents mécanismes donne une microstructure de poudre uniforme avec prédominance d'énormes grains dendritiques colonnaires, sélectionnés par les zones d'intersection des cordons de poudre. Au moins trois couches de poudre sont nécessaires pour supprimer l'influence de la microstructure du dépôt du fil et compléter la transition. Ces mécanismes semblent être la raison de la diminution du nombre des joints de grains avec les couches de poudre (**Figure 4-6**).

#### 2.4. Autre mécanisme de sélection - Grains non-fondus et affinement des grains

La première partie ci-dessus traitait de l'analyse des structures observées suite à la refusion du solide précédemment déposé. Les conditions de cette refusion doivent également être prise en compte pour comprendre l'établissement des structures. L'analyse métallographique de la dernière couche de fil déposée « témoin » ainsi de l'état du substrat juste avant la transition.

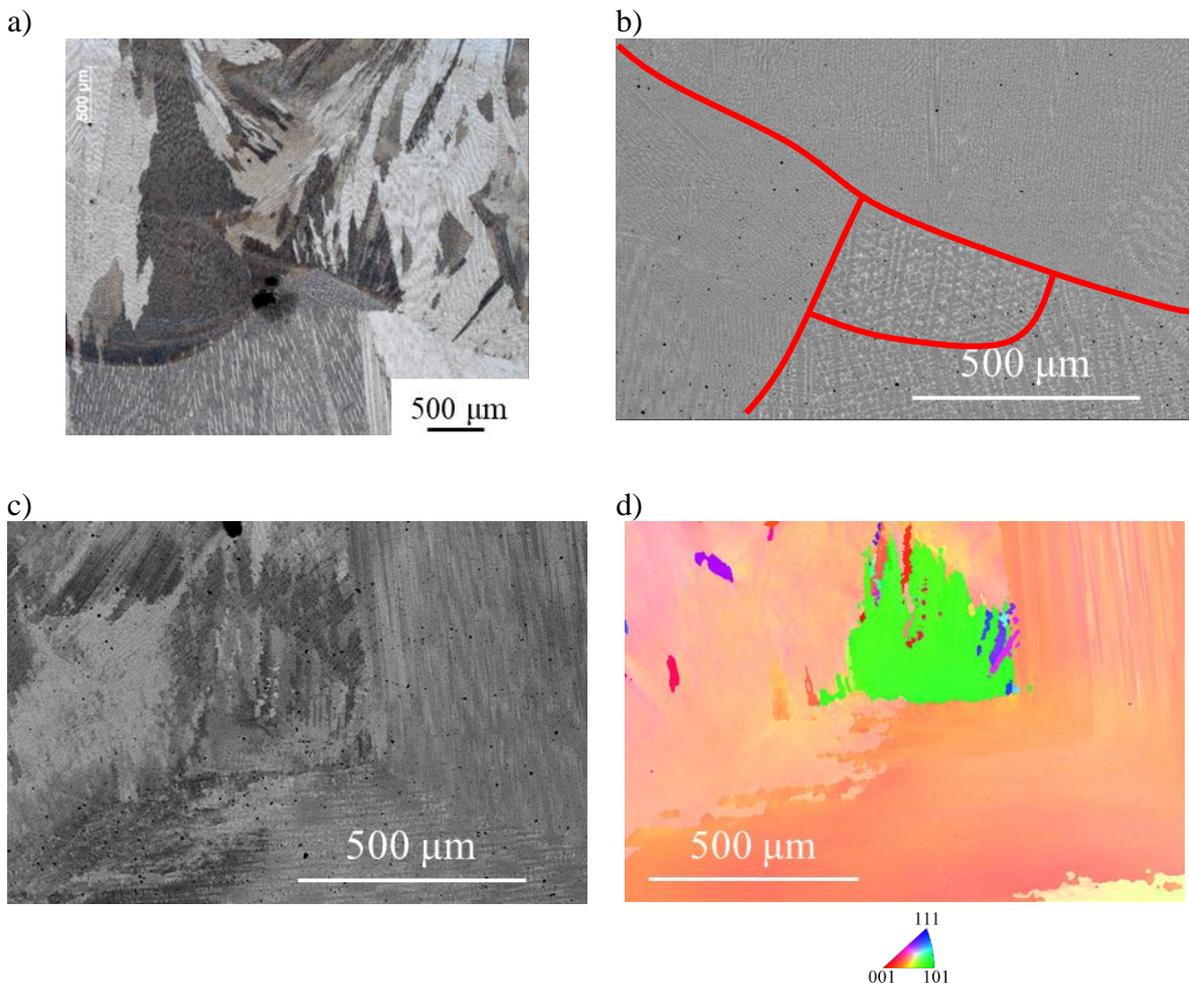
La **Figure 4-12 a** prise à la surface de la dernière couche de fil déposée montre des grains « surfaciques ». On remarque nettement le bras dendritique primaire se formant tout près de la surface, associé au refroidissement et à la surfusion élevée au contact de l'air. La croissance de ce grain se fait ensuite de type contrainte (colonnaire) par croissance de bras latéraux (perpendiculaires à la surface du dépôt) « plongeant » vers le substrat. Ces grains bloquent la croissance normale des grains précédant possédant la texture du dépôt. (Il s'agit d'un cas de transition colonnaire équiaxe pour laquelle la surfusion en avant du front est imposée par le refroidissement de la surface). La « fissure » visible sur la micrographie est un artefact de la préparation de l'échantillon mal nettoyé. La taille (en profondeur) de ces grains surfaciques est plus grande (épaisseur moyenne = 242 µm) que celle des grains issus du dépôt poudre (épaisseur moyenne = 182 µm). Leur épaisseur n'est pas constante tout au long du cordon. De façon similaire, la **Figure 4-12 b** présente un grain surfacique issu du dépôt poudre.

## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride



**Figure 4-12 :** Images MEB des grains superficiels non-fondus à la surface : a) du dépôt de Fil ; b) de Poudre.

Les grains superficiels du fil non refondus à l'intersection des cordons de la Poudre sont montrés sur la **Figure 4-13**. Comme on peut le voir, le grain vert n'a pas de la continuité épitaxiale de son orientation par rapport aux autres grains dendritiques colonnaires du Fil. Aussi on observe cela avec la différence du contraste cristallographique et l'orientation différente des dendrites est également visible. Une cartographie EBSD avec IPF de la **Figure 4-13 d** nous confirme cela.



**Figure 4-13 :** Grains non-fondus : a) Image MO ; b) Image MEB en BSE ; c) Image MEB en BSE ; d) Cartographie EBSD de la même zone.

## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride

On observe une baisse remarquable de l'espacement des bras dendritiques primaires et la prévalence des structures cellulaires à proximité des interfaces Fil/Poudre. Le PDAS moyen passe de  $16,4 \mu\text{m}$  à  $5,1 \mu\text{m}$  à travers l'interface Fil/Poudre. Des conditions de solidification plus rapides pendant la transition Fil/Poudre donnent une diminution du diamètre de Feret moyen des précipités interdendritiques de  $1,88 \mu\text{m}$  à  $1,24 \mu\text{m}$  et augmentent le nombre de précipités, conservant la fraction totale des phases interdendritiques.

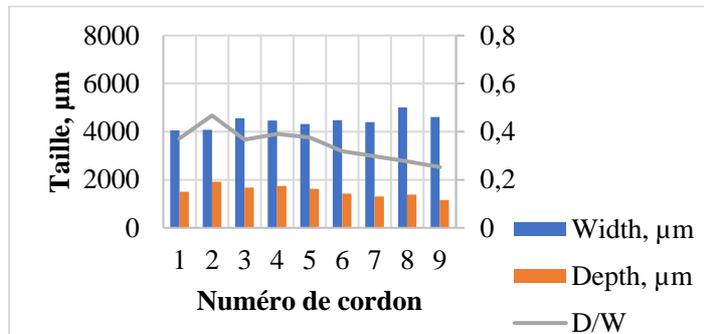
### 2.5. Analyse de dimensionnement de la transition Fil/Poudre dans le mur escalier

La forme géométrique des cordons de poudre n'est pas constante dans une couche déposée. La largeur et la profondeur, ainsi que le rapport profondeur/largeur (D/W) changent du premier au dernier cordon déposé, comme le montre la **Figure 4-14**. La largeur d'un cordon a tendance à augmenter de manière non linéaire, alors que la profondeur a un maximum : elle augmente jusqu'au quatrième cordon, puis diminue jusqu'à une valeur constante pour les derniers cordons.

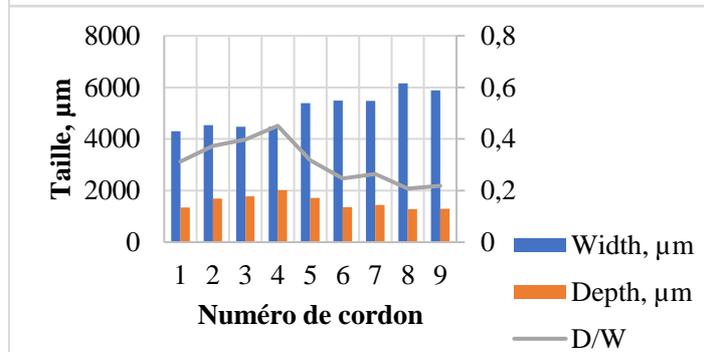
De cette façon, D/W présente un maximum local pour le quatrième cordon. L'état d'équilibre de la forme des cordons pour cette configuration est établi dès la deuxième couche déposée. Le comportement en solidification de la première couche est légèrement différent : des valeurs plus faibles de profondeur et de la largeur, ainsi qu'un maximum pour le deuxième cordon.



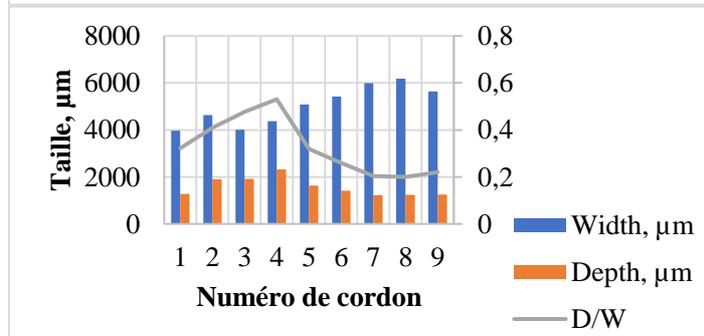
1<sup>ère</sup> couche



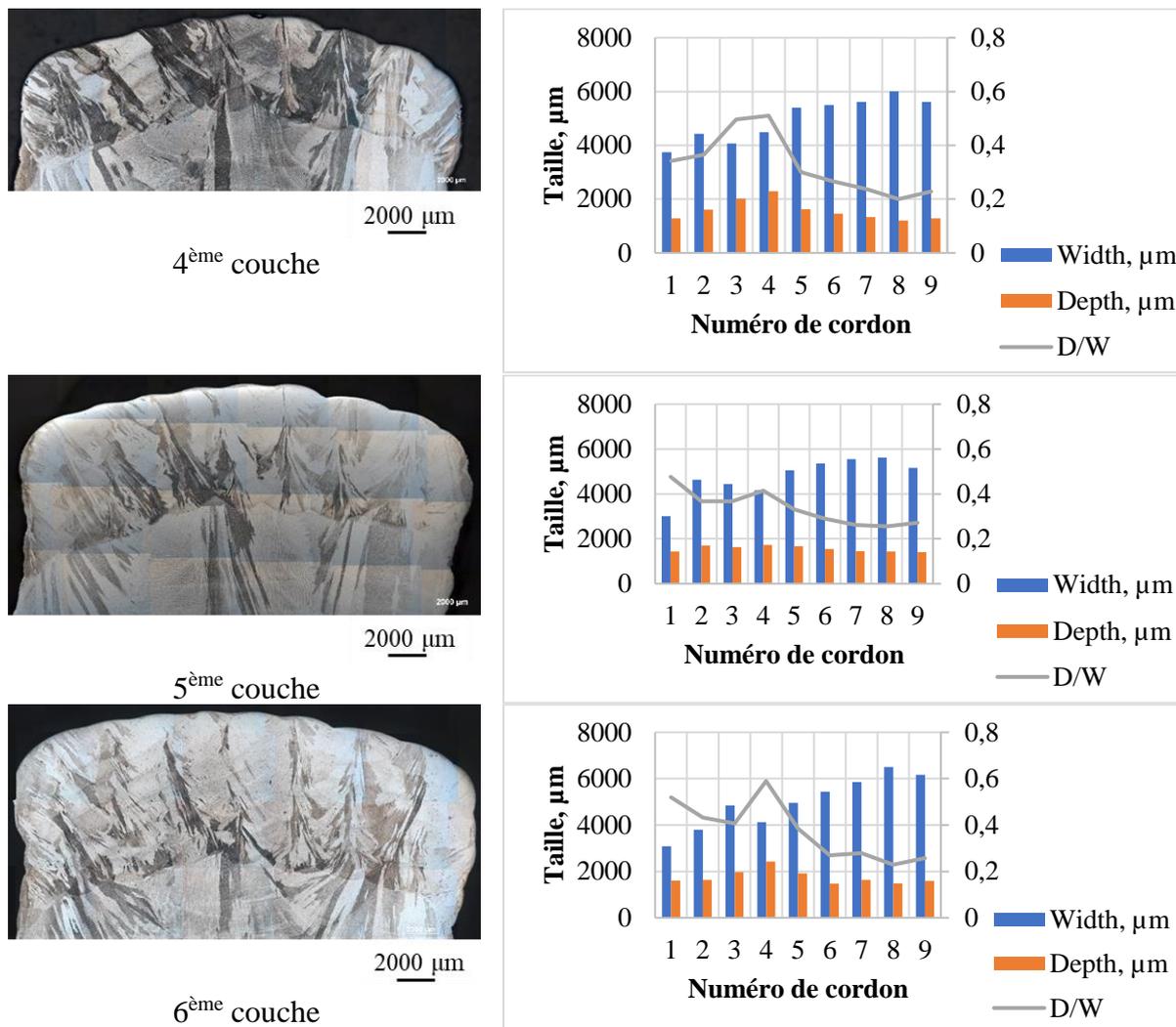
2<sup>ème</sup> couche



3<sup>ème</sup> couche

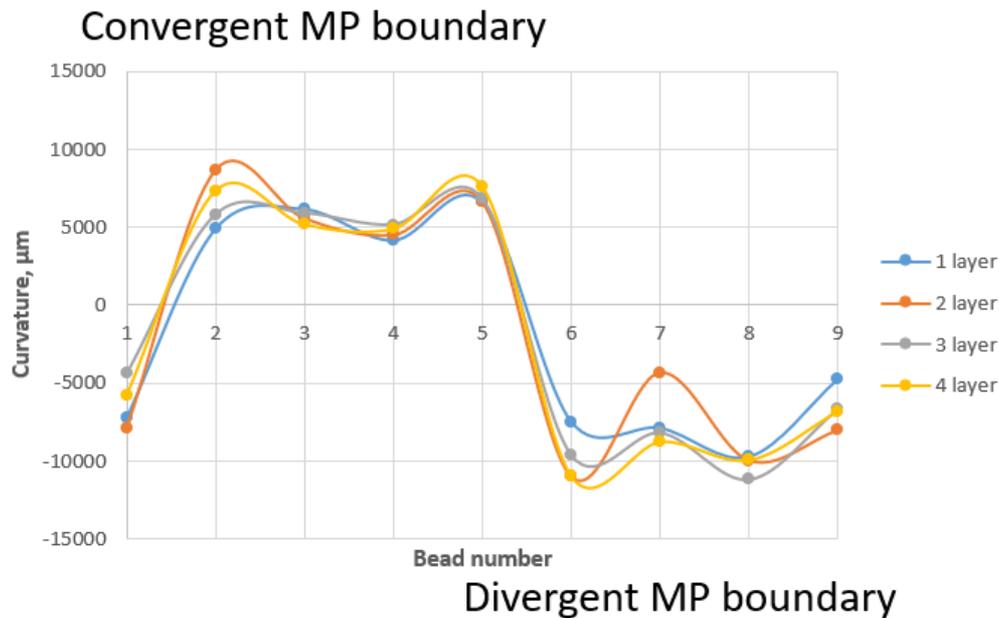


## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride



**Figure 4-14 :** Analyse de dimensionnement de la transition Fil/Poudre dans le mur escalier.

Les mesures de la courbure des cordons sur les sections transversales en MO du mur escalier, est reporté sur la **Figure 4-15** avec leur position dans le dépôt de poudre. On observe une transition de l'allure de l'interface du cordon entre le 5<sup>ème</sup> et le 6<sup>ème</sup> cordon. L'interface divergente se traduit par une refusion moindre des couches précédentes, un gradient plus important et une augmentation de la germination.



**Figure 4-15 :** Analyse de la courbure de l'interface des cordons de poudre dans le mur escalier.

Ces observations s'expliquent par des conditions thermiques différentes associées à la courbure du substrat :

- Les conditions thermiques différentes proviennent de la stratégie de dépôt : le premier cordon est déposé sur un substrat plus froid et n'est pas soutenu par le cordon voisin, le dernier est dans une situation inverse.
- La courbure du substrat dévie la direction d'extraction de chaleur et fournit un support différent d'un cordon de poudre à l'autre.

Le maximum de D/W pour le cordon numéro 4 peut également être expliqué par cet effet. Le dernier cordon lui, possède une plus grande largeur et une plus petite profondeur, en lien avec l'accumulation de chaleur. Cela donne les perspectives pour les travaux de modélisation.

Visuellement, la rugosité de surface des différentes couches composant le mur escalier est différente : plus élevée pour la première couche et plus faible pour la 6ème. Cela peut être le signe de conditions thermiques différentes : une solidification plus rapide pour la première couche, due à la vitesse de refroidissement élevée par la dissipation de la chaleur par le substrat, et la longueur du dépôt, qui plus importante : le gradient thermique plus intense dans cette première couche peut donner lieu à une convection de Marangoni plus intense et d'avantage de fluctuations.

### 3. Discussions

#### 3.1. Grains surfaciques non-fondus

Si l'on souhaite garder au mieux la texture du substrat lors de la première couche de dépôt de poudre, la couche des grains de surface du Fil déposé doit idéalement être entièrement refondue. Ce qui n'est pas le cas partout à l'interface Fil/Poudre (**Figure 4-13**) L'existence des grains de surface a été confirmée par les images MEB de la couche supérieure de chaque dépôt (**Figure 4-12**) et ont une épaisseur différente d'un endroit à l'autre de la couche.

#### 3.2. Croissance épitaxiale et sélection de l'orientation des grains

Les dépôts unidirectionnels en aller simple du Fil et de poudre ont des microstructures communes : des grains dendritiques colonnaires continus dans la partie centrale des cordons et d'énormes grains dendritiques colonnaires continus, modifiant leur orientation dendritique (les branches dendritiques secondaires se transforment en branches dendritiques primaires et ainsi de suite [8]) dans la zone d'intersection des cordons d'une couche à l'autre.

## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride

Pour le régime permanent du dépôt poudre on a constaté une prévalence presque totale d'énormes grains dendritiques colonnaires, d'orientation Fibre  $\langle 111 \rangle$  parallèle à l'orientation de balayage, en appont de la zone d'intersection des cordons. Au contraire, la partie Fil présente une microstructure de solidification avec une proportion presque égale entre l'orientation grains.

On peut également voir que les dimensions du bain de fusion ne sont pas constantes pour une couche de poudre. Le premier cordon de poudre a un rapport profondeur/largeur (D/W) plus élevé que le dernier cordon de poudre, en raison des conditions thermiques, la courbure du dépôt du Fil et du support donné par les cordons de poudre, déposés précédemment.

Un autre point pour expliquer la prévalence des gros grains de la zone d'intersection dans les dernières couches du dépôt de Poudre est la diminution progressive de la longueur de balayage du laser avec l'augmentation du nombre de couches, comme le principe de base du mur escalier. Pour la même vitesse de déplacement de la torche pendant le dépôt de poudre et retour à la position initiale, la première couche prend environ 20,8 s et la dernière couche seulement environ 1,6 s. Selon Kou [7] et Parimi [9], la vitesse de refroidissement sera plus faible pour le dépôt de la dernière couche favorisant la croissance épitaxiale de gros grains et diminuant la probabilité de germer de nouveaux grains à l'interface des cordons.

### 3.3. Zone de transition Fil/Poudre

La microstructure de la zone de transition est un mélange entre ces deux dépôts (Fil et Poudre). Quatre mécanismes sont possibles pour la sélection et la croissance des grains de Poudre à la transition Fil/Poudre, cités précédemment. L'interface Fil/Poudre n'est pas plane, elle a une morphologie ondulée, définie par des bains liquides de poudre. La forme géométrique de l'interface Fil/Poudre avec l'orientation précédente du dépôt de Fil, ainsi que la direction du gradient thermique pendant le dépôt de Poudre définissent la microstructure de poudre. A partir de l'analyse de la macrostructure et des cartes EBSD, nous pouvons conclure qu'au moins 3 couches de Poudre sont nécessaires pour compléter la transition Fil/Poudre.

## 4. Conclusion et perspectives

La transition Fil/Poudre peut être préparée par les dernières couches du Fil ou par les premières couches de poudre. Elle peut aussi être faite en optimisant les paramètres de dépôt, en augmentant la puissance pendant la première couche de dépôt de poudre, par exemple. Une autre option pourrait être de déposer la poudre dans une autre séquence, en commençant par les côtés droit et gauche du mur, en alternant les cordons suivants pour finir au centre du dépôt de poudre. D'une part, pour augmenter la texture de solidification, il faut augmenter la puissance de procédé pendant le dépôt du Fil et/ou diminuer la vitesse de balayage du laser et/ou diminuer la vitesse d'alimentation du fil et/ou diminuer l'espacement entre les cordons. D'autre part, pour rendre la dernière couche du Fil plus isotrope, des actions contraires doivent être effectuées. Cela pourrait également contribuer à augmenter la densité des grains dans le dépôt de poudre. Les premières couches de poudre peuvent également être déposées en augmentant la puissance pendant le dépôt et/ou en diminuant la vitesse de balayage du laser et/ou en diminuant le débit massique de poudre et/ou en diminuant l'espacement entre les cordons déposés. Cela devrait permettre de refondre tous les grains de la surface du Fil et d'accélérer la sélection des grains dans le dépôt de Poudre. Des actions contraires devraient réduire la texture de solidification.

## 5. Références

- [1] Zinoviev A, Zinovieva O, Ploshikhin V, Romanova V and Balokhonov R 2016 Evolution of grain structure during laser additive manufacturing. Simulation by a cellular automata method *Materials & Design* **106** 321–9
- [2] DebRoy T, Wei H L, Zuback J S, Mukherjee T, Elmer J W, Milewski J O, Beese A M, Wilson-Heid A, De A and Zhang W 2018 Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties *Progress in Materials Science* **92** 112–224

## Chapitre 4. Formation de la zone Hybride

- [3] Jafari D, Vaneker T H J and Gibson I 2021 Wire and arc additive manufacturing: Opportunities and challenges to control the quality and accuracy of manufactured parts *Materials & Design* **202** 109471
- [4] Wei P and Liu H J 2012 Scaling Thermocapillary Weld Pool Shape and Transport Variables in Metals *Welding Journal* **91** 187S-194S
- [5] Wei P S, Liu H J and Lin C L 2012 Scaling weld or melt pool shape induced by thermocapillary convection *International Journal of Heat and Mass Transfer* **55** 2328–37
- [6] Sui S, Tan H, Chen J, Zhong C, Li Z, Fan W, Gasser A and Huang W 2019 The influence of Laves phases on the room temperature tensile properties of Inconel 718 fabricated by powder feeding laser additive manufacturing *Acta Materialia* **164** 413–27
- [7] Kou S 2003 *Welding metallurgy* (Book Hoboken, N.J: John Wiley & Sons)
- [8] Pham M-S, Dovggy B, Hooper P A, Gourlay C M and Piglione A 2020 The role of side-branching in microstructure development in laser powder-bed fusion *Nat Commun* **11** 749
- [9] Parimi L L, A. R G, Clark D and Attallah M M 2014 Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718 *Materials Characterization* **89** 102–11
- [10] Guévenoux C, Hallais S, Charles A, Charkaluk E and Constantinescu A 2020 Influence of interlayer dwell time on the microstructure of Inconel 718 Laser Cladded components *Optics & Laser Technology* **128** 10621

## Chapitre 5 . Traitements thermiques

1. Traitement d'homogénéisation et recristallisation .....	116
1.1 Résultats expérimentaux .....	116
1.1.1 Dépôt Laser/Fil.....	116
1.1.2 Dépôt Laser/Poudre.....	120
1.1.3 Dépôt Arc/Fil.....	124
1.2 Synthèse et discussion des résultats .....	129
1.3 Cinétiques de précipitations .....	129
1.4 Recristallisation.....	131
1.4.1 Structure colonnaire .....	132
1.4.2 Structure équiaxe.....	132
2. Occurrence de la symétrie pentagonale.....	135
2.1. Observations expérimentales.....	135
2.2. Hypothèses sur l'origine.....	137
2.3. Mécanisme de croissance des zones pentagonales.....	148
2.4. Synthèse sur la symétrie pentagonale.....	152
3. Traitement thermique de vieillissement .....	152
3.1 Microstructure après 60h de vieillissement.....	153
3.2 Microstructure après 408h de vieillissement.....	154
4. Réponse au traitement thermique de la zone équiaxe Laser/Poudre .....	156
5. Evolution des Propriétés mécaniques au cours du traitement de mise en solution et vieillissement .....	157
5.1 Réponse à la remise en solution en terme de microdurété .....	157
6. Conclusion.....	159
7. Références .....	160

## Chapitre 5. Traitements thermiques

Dans ce chapitre les traitements thermiques de mise en solution et vieillissement des dépôts sont détaillés. La réponse au traitement thermique sur la macrostructure, la microstructure, la taille des grains, phases cristallines et dureté sont étudiés séparément pour les structures colonnaires et équiaxes.

### 1. Traitement d'homogénéisation et recristallisation

Le traitement thermique d'homogénéisation (remise en solution, recuit) a été effectué avec le but principal d'avoir la réponse maximale en précipitation pendant le traitement thermique de vieillissement et d'effacer au maximum la structure typique de solidification de l'alliage 625, notamment les phases de Laves et NbC. Les phases de Laves sont fragiles, ce qui peut diminuer les propriétés mécaniques et aider à propager les fissures comme ce qui a été remarqué pour des dépôts Laser/Poudre [1]. Il faut également prendre en compte la croissance des grains (début de recristallisation), car les gros grains peuvent diminuer l'impact des joints de grains dans le durcissement final [2]. Les températures typiques de recuit pour l'alliage 625 conventionnel tombent dans le domaine d'existence de la phase  $\delta$ , qui est stable et encore plus fragile que les phases de Laves. La microségrégation importante pendant la FA fait déplacer la transformation Laves  $\rightarrow$  Laves +  $\delta$  vers les temps courts. De cette manière le recuit doit être fait avec des températures plus élevées afin d'éviter cette transformation à l'état solide. Le diagramme de phase de l'alliage 625 nous donne la température de solvus  $\gamma$  pour la composition nominale  $C_0$  vers 1100°C. Par ailleurs le traitement d'homogénéisation de grandes pièces pouvant être très couteux, et l'alliage 625 ne s'y prêtant pas forcément, des temps volontairement limités courts ont été choisis. Compte tenu de ces conditions, la gamme de recuit du **Tableau 5-1** a été effectuée sur l'ensemble dépôt du Fil et de la Poudre :

**Tableau 5-1 :** Traitements thermiques réalisés.

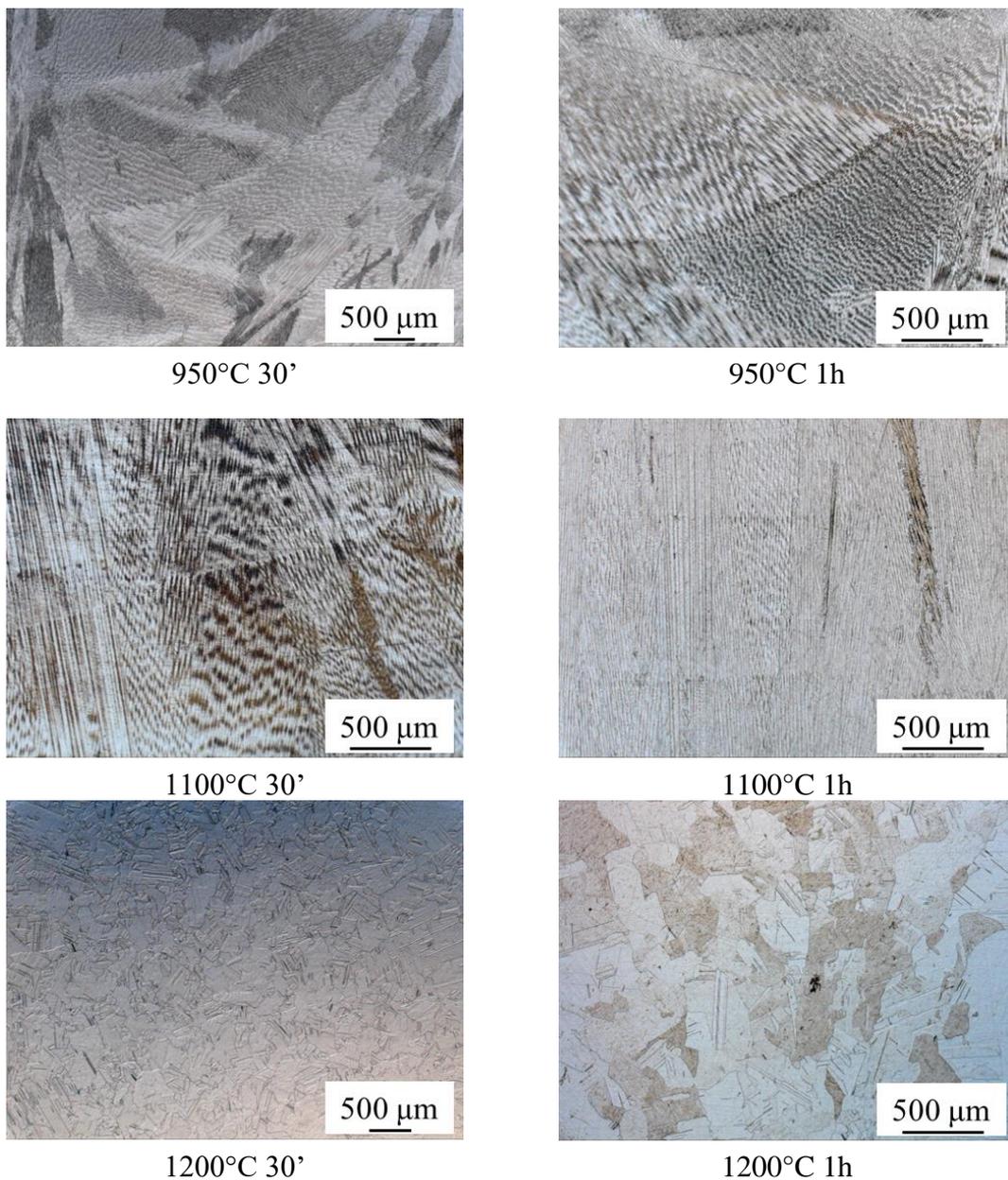
Température, °C	Temps, h	
950	0,5	1
1000	0,5	1
1050	0,5	1
1100	0,5	1
1200	0,5	1

### 1.1 Résultats expérimentaux

#### 1.1.1 Dépôt Laser/Fil

##### 1.1.1.1 Macrostructure

Les macrographies optiques de la réponse du dépôt Laser/Fil au traitement thermique de remise en solution sont présentées sur la **Figure 5-1**. On observe que la structure colonnaire dendritique reste stable à l'échelle macro et les traces de microségrégation restent visibles jusqu'à 1100°C 1h. Avec le TT de 1200°C on observe la croissance des grains (début de recristallisation). Cette croissance est homogène, et l'on observe la formation de nombreux macles de recuit. On perd alors toute l'information sur la structure colonnaire dendritique, la position des interfaces entre cordons et les couches déposées.



**Figure 5-1 :** Macrographies optiques du dépôt Laser/Fil après différents traitements thermiques.

### 1.1.1.2 Microstructure - Ségrégation

L'évolution microstructurale du dépôt Laser/Fil est présentée sur la **Figure 5-2**. Dès 950°C, les zones enrichies en Nb et Mo dans les espaces interdendritiques avec les phases MC et Laves, formées pendant la solidification, donnent lieu à la précipitation de la phase  $\delta$ . Cette phase apparaît sous forme d'aiguilles présentant trois variants suivant l'orientation de la phase gamma  $\gamma$  de la matrice. Après 1h à 950°C la phase delta reste stable.

Le maximum de précipitation de la phase  $\delta$  arrive pour 1000°C sous forme de chaînes continues dans les espaces interdendritiques.

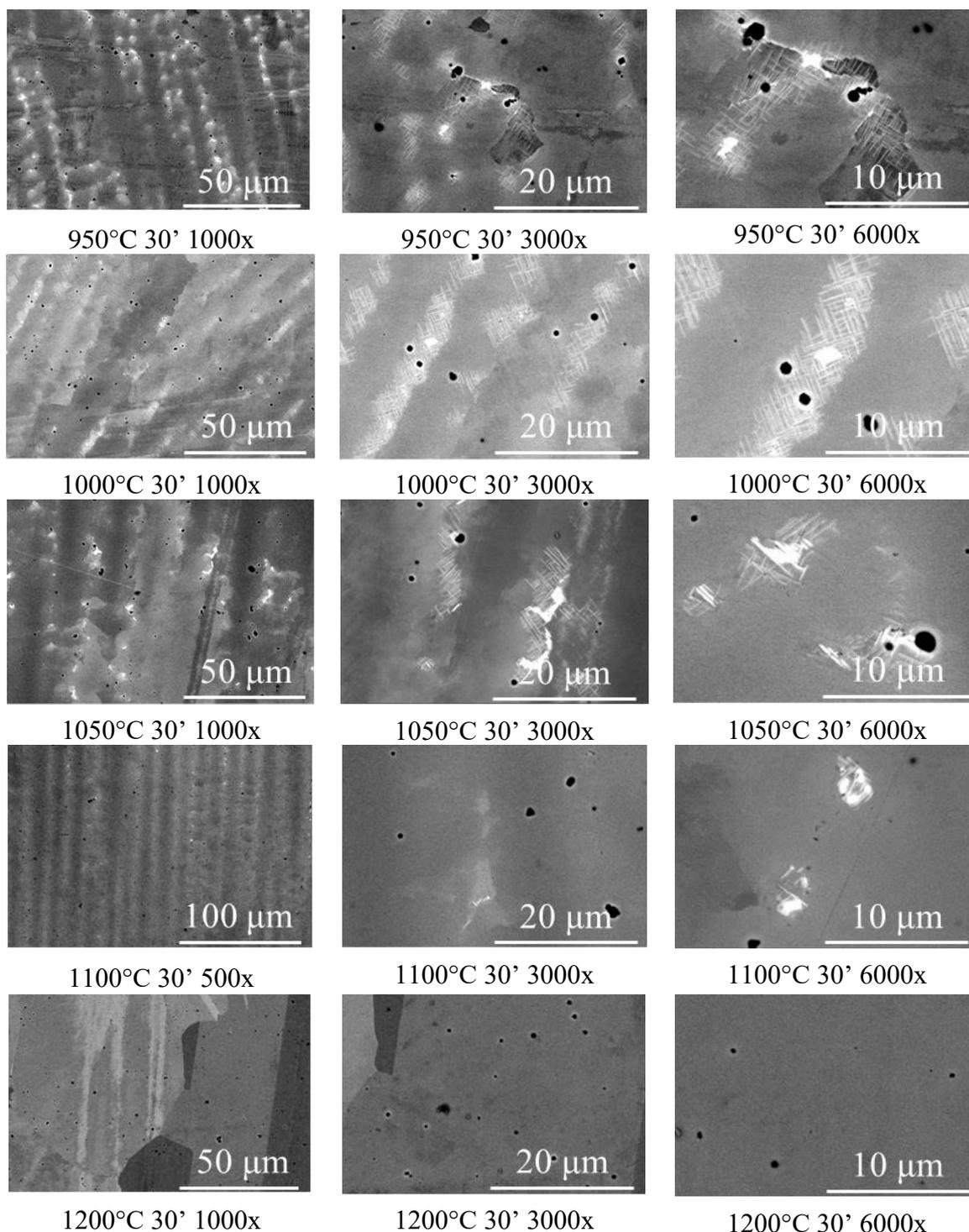
A 1050°C, on observe une diminution de la fraction de phase avec la formation bimodale de phase  $\delta$  : de grosses aiguilles dans les zones enrichies et d'aiguilles fines dans les zones moins ségréguées.

Après 30 minutes à 1100°C, la dissolution de la phase delta est plus marquée avec la disparition des aiguilles fines. Il est encore possible de trouver quelques précipités de phase  $\delta$  dans les régions interdendritiques fortement ségréguées. Au bout d'une heure à 1100°C la phase delta est totalement dissoute (**Figure 5-2**).

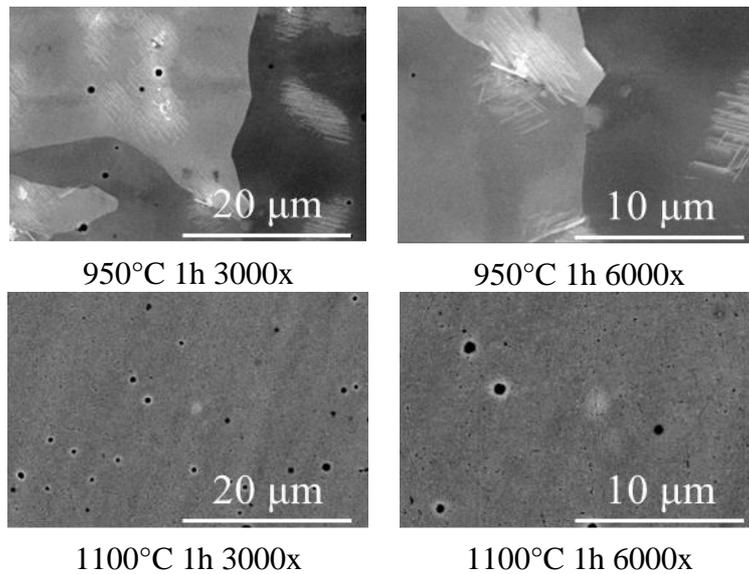
A 1200°C, dès 30 minutes la phase  $\delta$  est totalement dissoute et la recristallisation est effective.

## Chapitre 5. Traitements thermiques

Par ailleurs même aux temps les plus longs (1h) et températures les plus élevées de traitement thermique, les inclusions de TiN et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> restent stables et ne changent ni de forme ni de taille (**Figure 5-3**).



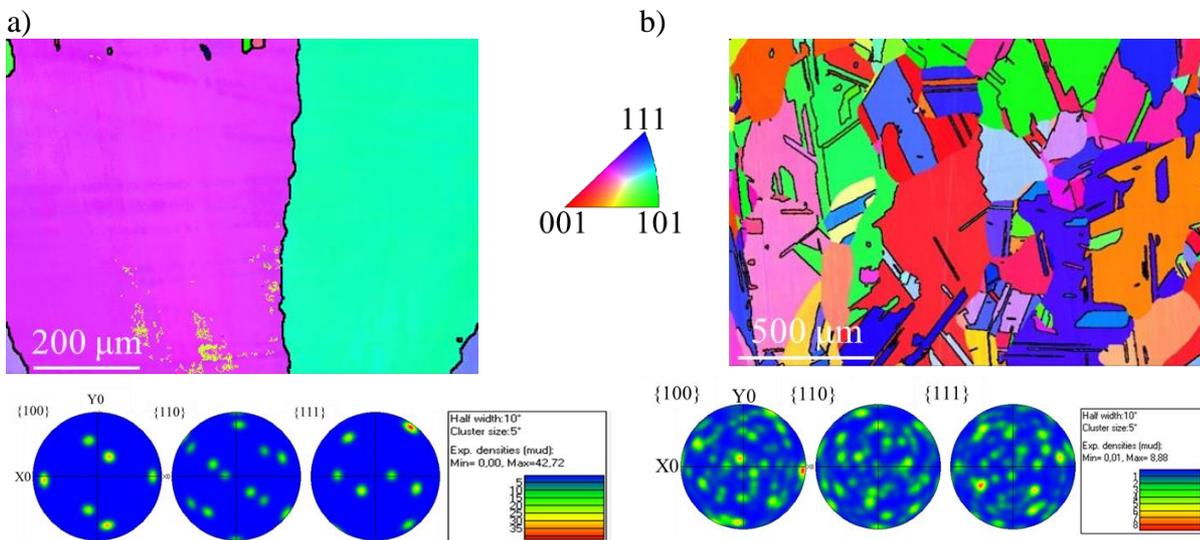
**Figure 5-2 :** Microstructures MEB à différents grandissements du dépôt Laser/Fil après 30 minutes de traitement thermique à différentes températures.



**Figure 5-3 :** Microstructures MEB à différents grossissements du dépôt Laser/Fil après 1 heure de traitement thermique à différentes températures.

### 1.1.1.3 Recristallisation

A 950°C, on observe de rares apparition de grains de quelques microns à l'intérieur des grains dendritiques colonnaires. Le mécanisme de recristallisation PSN (Particle Stimulated Nucleation) est actif. A ces températures, la croissance de ces petits grains est limitée par les précipités et la structure de grains colonnaires est stable (**Figure 5-4**), sans mâcles. A 1200°C on observe une proportion élevée (44,6%) de joints de grains maclés et des maclés de recuit sont présents. La fréquence de joints de grains à grands angles est de 0,34, plus faible que celle des joints maclés (0,43), traduisant l'héritage de la structure colonnaire. La texture peu marquée est préférentiellement cubique avec une intensité beaucoup plus faible de 8,9.



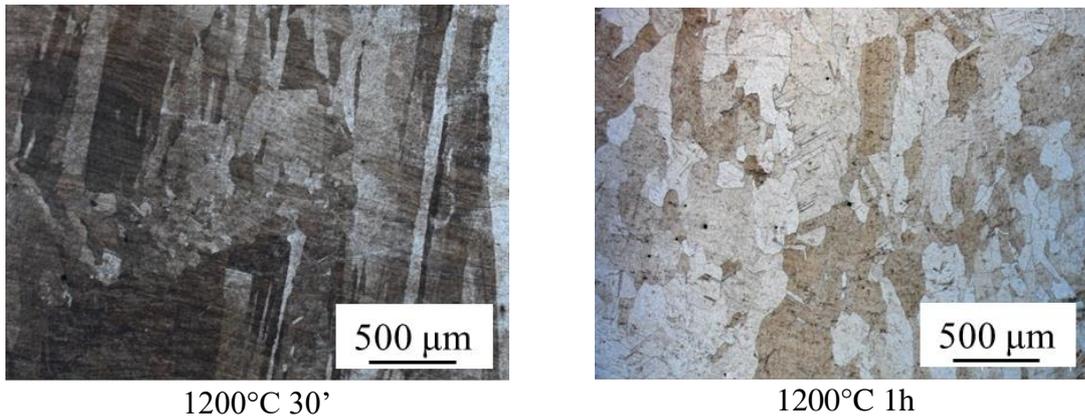
**Figure 5-4 :** Cartographie EBSD et figure de pôle de la zone colonnaire dendritique du dépôt Laser/Fil traitée thermiquement à a) 950°C 30' et b) 1200°C 30'.

### 1.1.2 Dépôt Laser/Poudre

#### 1.1.2.1 Zones colonnaires

##### 1.1.2.1.1 Macrostructure

Les macrographies optiques de la réponse du dépôt Laser/Poudre au traitement thermique de remise en solution sont présentées sur la **Figure 5-5**. Contrairement au dépôt Laser/Fil, la structure colonnaire dendritique reste stable jusqu'à 30' à 1200°C. Après 1h à 1200°C, on observe une recristallisation plus marquée. La croissance des grains n'est pas homogène et conduit à une différence de taille de grains à travers l'échantillon. On observe également la formation des macles de recuit pendant cette croissance.



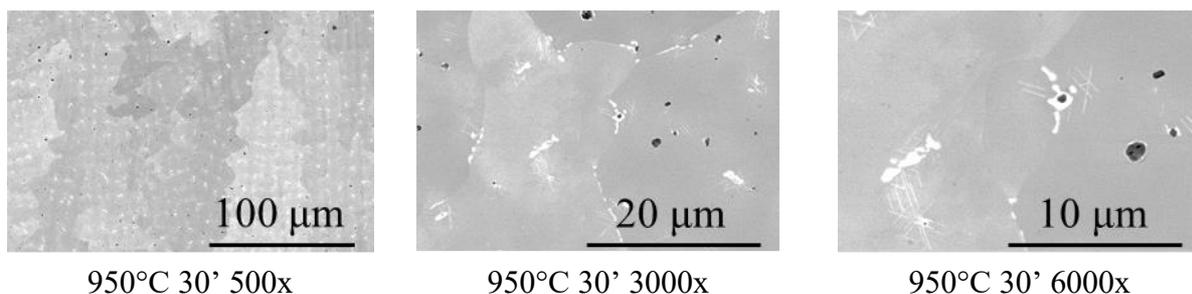
**Figure 5-5 :** Macrographies optiques de la zone colonnaire du dépôt Laser/Poudre après différents traitements thermiques.

##### 1.1.2.1.2 Microstructure

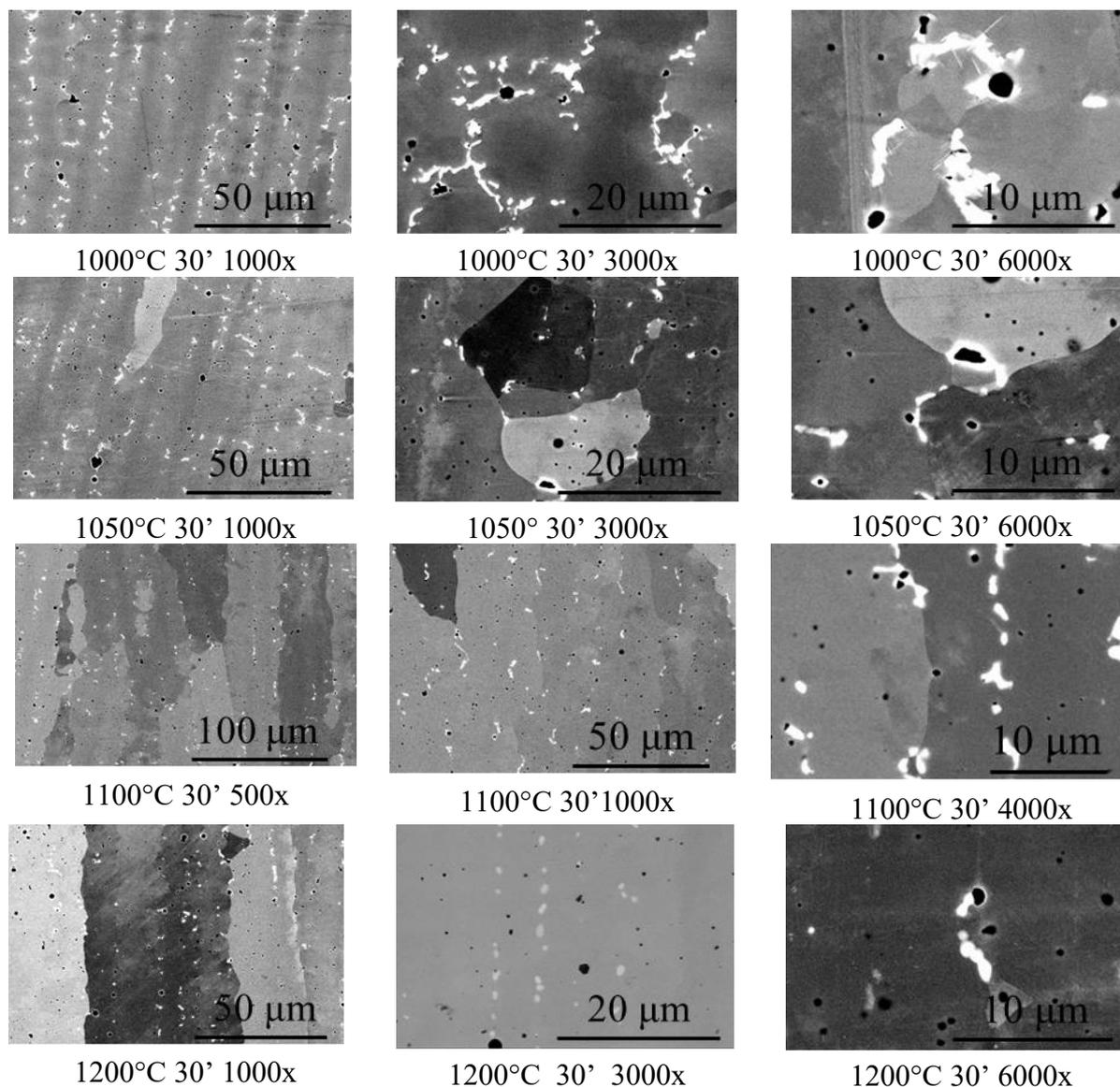
L'évolution microstructurale du dépôt Laser/Poudre est donnée **Figure 5-6** (traitements d'une demi-heure) et **Figure 5-7** (traitements d'une heure).

Les mêmes mécanismes sont observés : pour les temps courts, à 950°C, les zones enrichies en Nb et Mo dans les espacements interdendritiques avec présence des phases MC et Laves, formées pendant la solidification, donnent lieu à la précipitation de la phase  $\delta$  sous forme d'aiguilles. Elle est encore visible à 1000°C et disparaît à 1050°C en laissant la place aux carbures. Les carbures restent stable dans la microstructure jusqu'à 1200°C inclus il faudra 1h30 à 1200°C pour terminer leur dissolution.

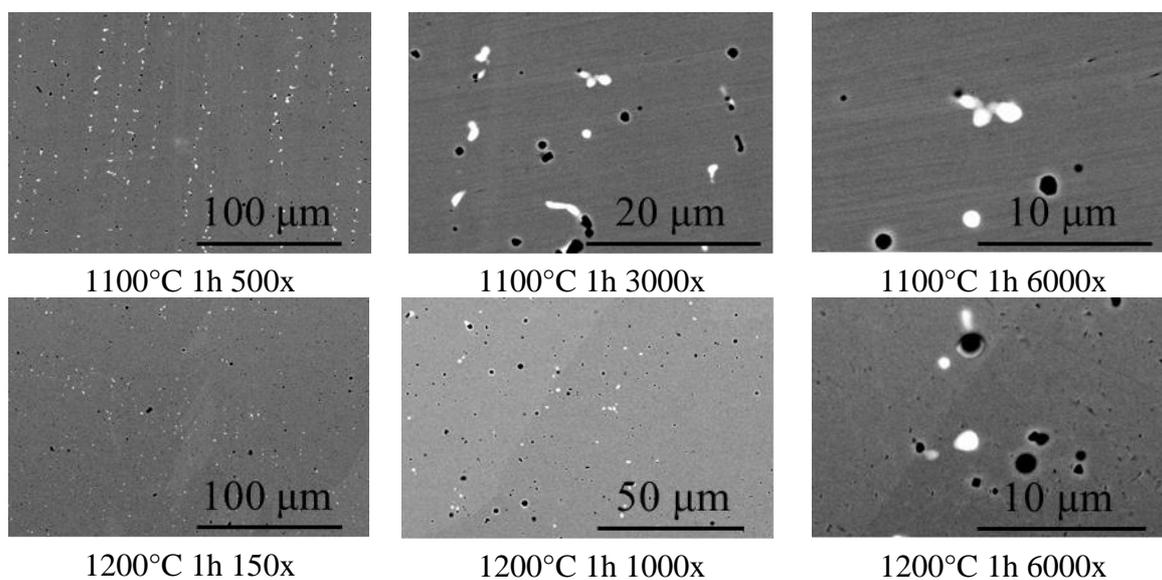
On observe une augmentation de la croissance normale des grains corrélée à la dissolution des précipités : des joints de grains maclés et macles de recuit commencent à apparaître dans la microstructure. La recristallisation totale de la zone colonnaire n'a toujours pas été observée avec un traitement de 1h30 à 1200°C (**Figure 5-7**).

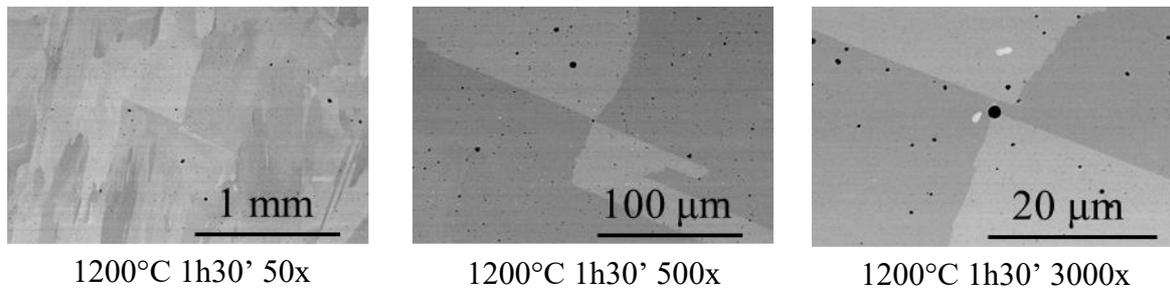


## Chapitre 5. Traitements thermiques



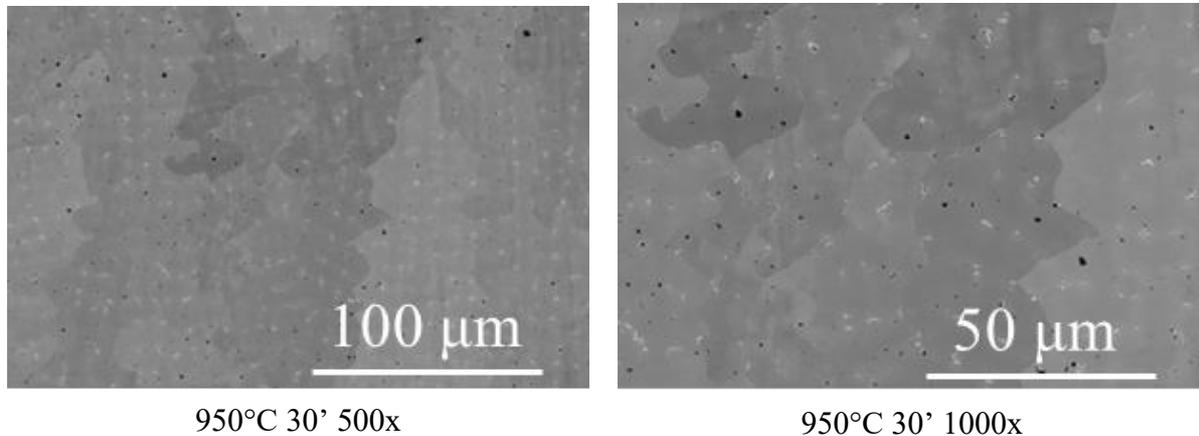
**Figure 5-6 :** Microstructures MEB à différents grossissements de la zone colonnaire du dépôt Laser/Poudre après 30 minutes de traitement thermique à différentes températures.





**Figure 5-7 :** Microstructures MEB à différents grossissements de la zone colonnaire du dépôt Laser/Poudre après 1 h de traitement thermique à différentes températures.

A partir de 950°C, les joints de grains dendritiques sont mobiles et peuvent bouger sur quelques microns, avant d'être stabilisés par les précipités interdendritiques (**Figure 5-8**). La phase  $\delta$  et les carbures  $M_6C$  et  $M_{23}C_6$  peuvent précipiter dans ces joints de grains mobiles et la nucléation de nouveaux grains est possible dans ces joints.

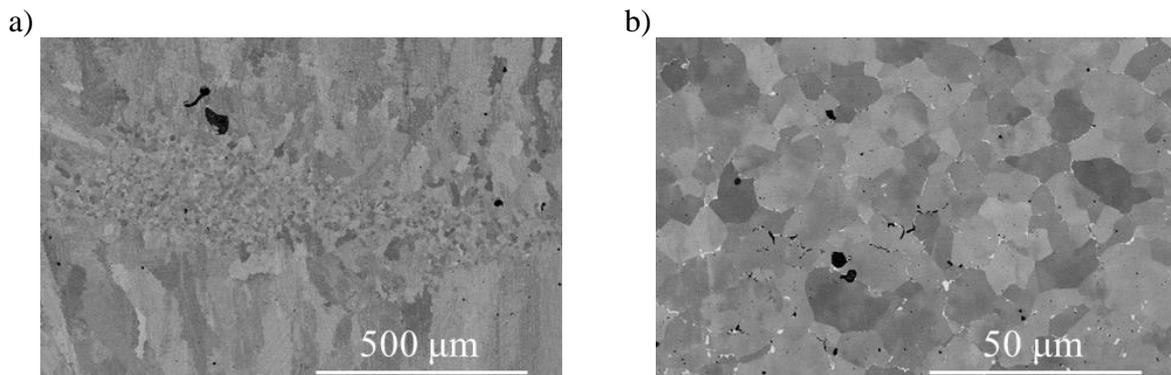


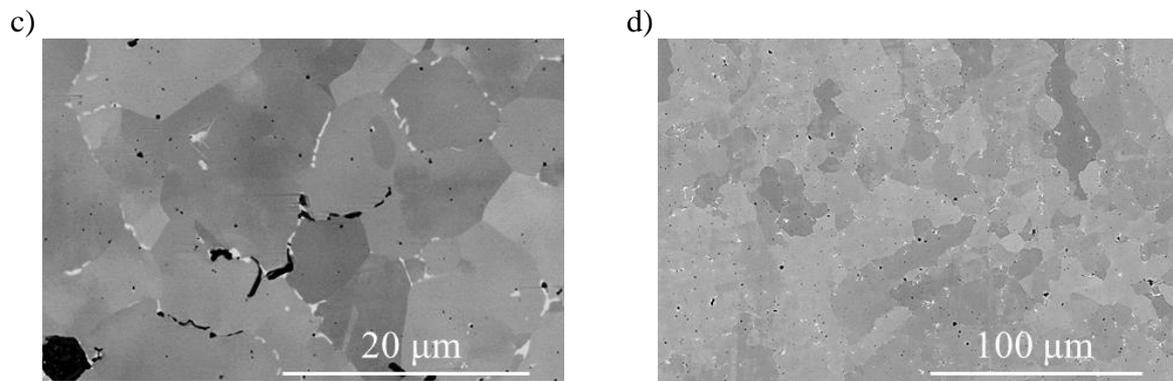
**Figure 5-8 :** Caractérisation de la mobilité des joints de grains de la zone colonnaire du dépôt Laser/Poudre à 950°C 30' et de leur stabilisation par les précipités interdendritiques.

### 1.1.2.2 Zones équiaxes

#### 1.1.2.2.1 Microstructure

La microstructure de la zone équiaxe au sein du dépôt Laser/Poudre après traitement thermique de 950 °C 30' est présentée **Figure 5-9 a**. La structure du dépôt Laser/Poudre reste stable pour ce traitement thermique avec une très faible précipitation de la phase  $\delta$  trouvée essentiellement dans les joints de grains au voisinage des carbures et des inclusions, riches en Al et Ti (**Figure 5-9 b, c**). Il y a très peu de macles de recuit à l'intérieur des grains équiaxes (**Figure 5-9 d**).

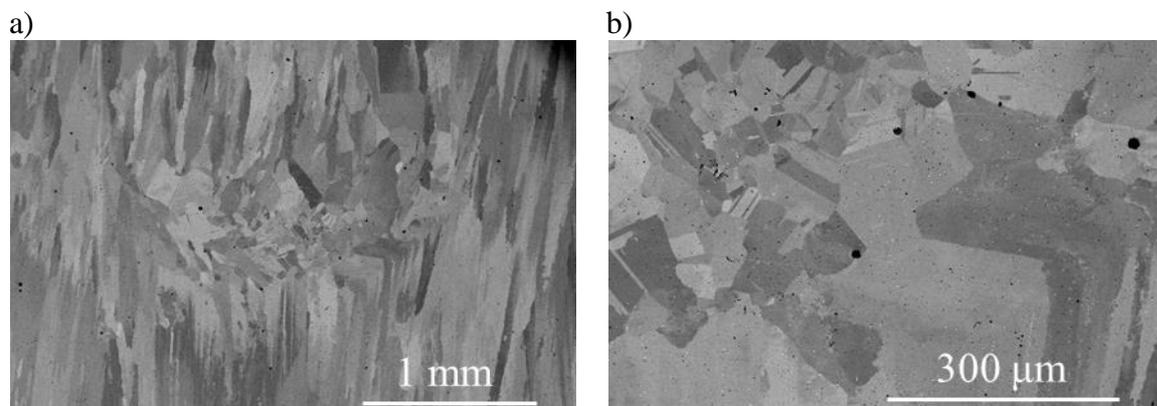




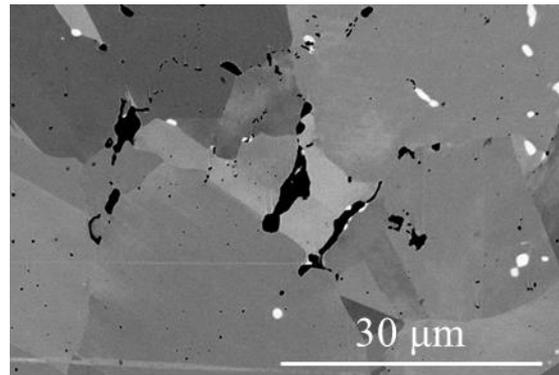
**Figure 5-9 :** Microstructures MEB à différents grossissements de la zone équiaxe du dépôt Laser/Poudre après 30 minutes de traitement thermique à 950 °C : a) Vue générale ; b-d) Intérieur de la zone équiaxe.

Suite au traitement thermique de 30' à 1200 °C **Figure 5-10**, on observe un début de recristallisation des zones équiaxes avec un ratio de joints maclés/nombre total de joints de 51 % (**Figure 5-10 a**). La taille des grains équiaxes augmente avec une taille moyenne de 20 μm. Les grains dendritiques colonnaires entourant la zone équiaxe demeurent stables (**Figure 5-10 b**). Les précipités interdendritiques (type carbures) sont toujours présents dans la microstructure, mais pas obligatoirement aux joints de grains (**Figure 5-10 c**). Plusieurs axes de symétrie pentagonaux peuvent être trouvés dans la zone recristallisée.

Un temps de traitement plus long (1h 30') à 1200 °C montre la continuité de la croissance des grains équiaxes recristallisés, qui efface toute la différence entre les grains équiaxes et colonnaires.

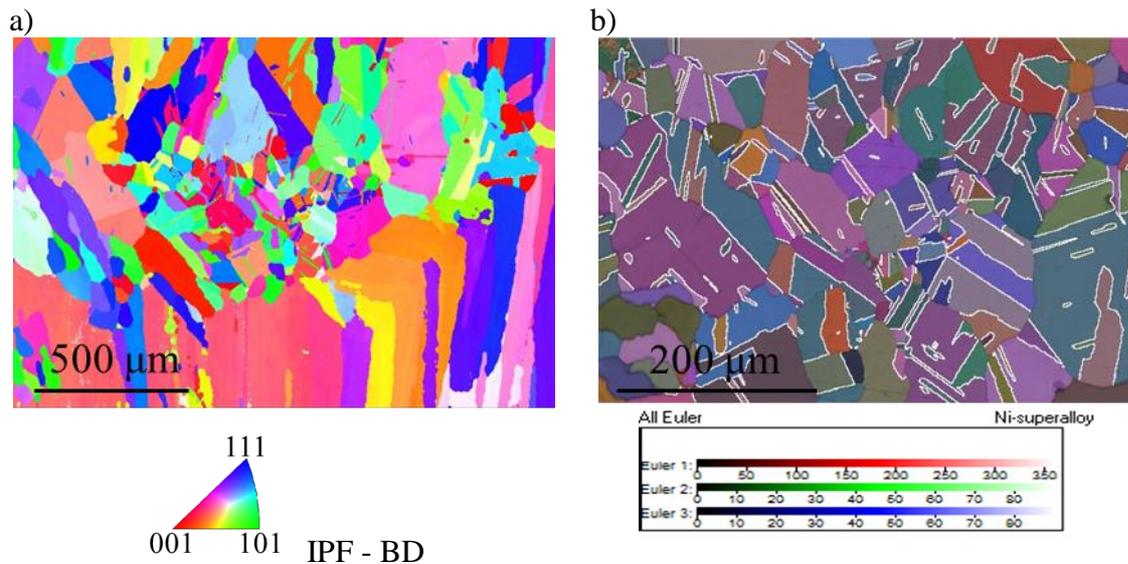


c)



**Figure 5-10 :** Microstructures MEB de la zone équiaxe du dépôt Laser/Poudre après 30 minutes de traitement thermique à 1200 °C à différents endroits : a) Vue générale ; b) Zoom sur la transition colonnaire équiaxe ; c) Zoom sur l'intérieur de la zone équiaxe.

La cartographie EBSD de cette zone équiaxe est présentée sur la **Figure 5-11**. Le contraste en IPF nous montre l'orientation aléatoire des grains à l'intérieur de la zone équiaxe avec de très nombreux joints de grains maclés surlignés blanc (**Figure 5-11 a, b**).



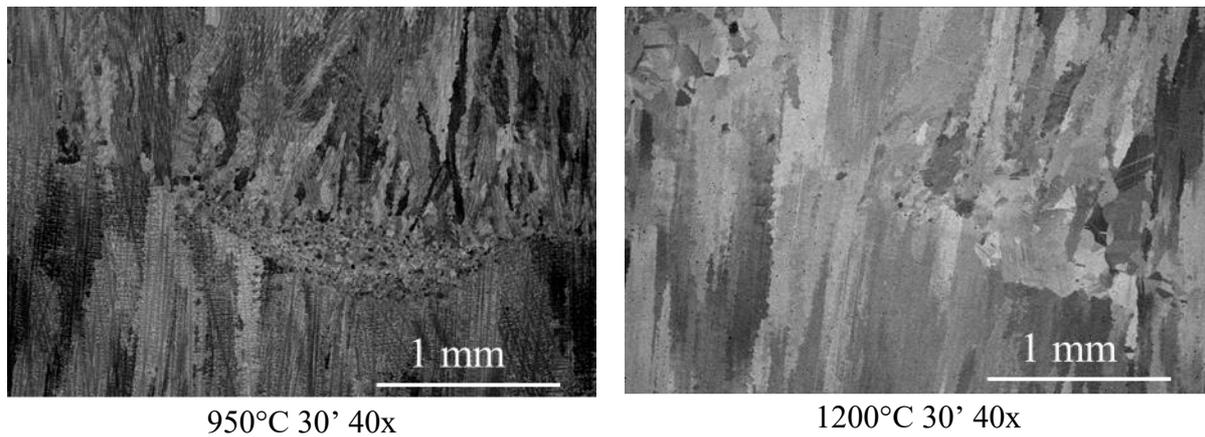
**Figure 5-11 :** Cartographie EBSD de la zone équiaxe du dépôt Laser/Poudre traitée thermiquement à 1200°C 30' : a) Contraste en IPF ; b) Zoom avec contraste Euler avec joints maclés en blanc.

### 1.1.3 Dépôt Arc/Fil

#### 1.1.3.1 Zones colonnaires

##### 1.1.3.1.1 Macrostructure

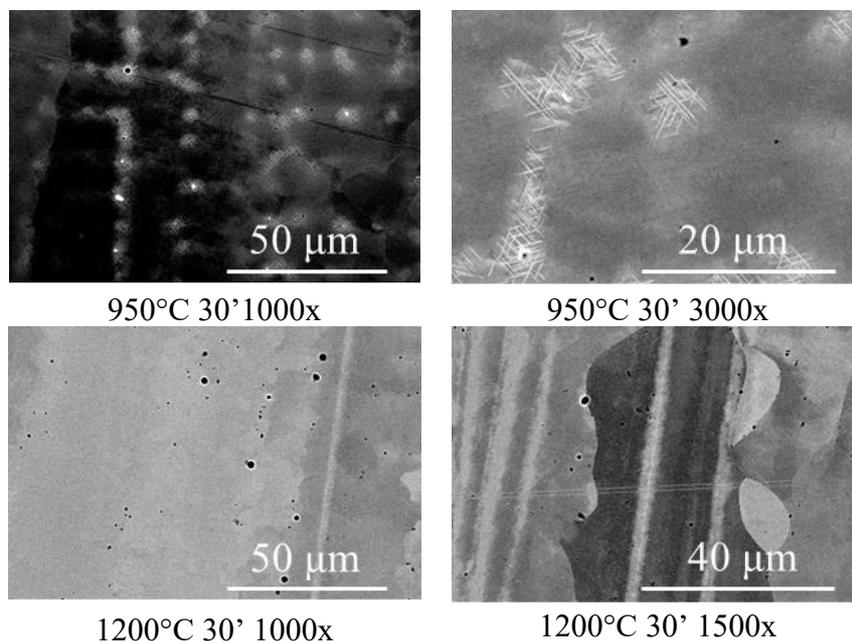
Les macrostructures mixtes (colonnaire/équiaxe) du dépôt Arc/Fil après traitement thermique sont présentées sur la **Figure 5-12**. On observe qu'à l'état macroscopique après le TT de 950 °C 30' les structures ne sont pas changées par rapport à l'état brut de solidification : tous les grains colonnaires ont leur taille et leur forme brute de solidification. Après 30' à 1200 °C les grains colonnaires gardent leur forme et taille à l'échelle macroscopique.



**Figure 5-12 :** Images MEB de la macrostructure mixte (colonnaire/équiaxe) du dépôt Arc/Fil après traitement thermique.

### 1.1.3.1.2 Microstructure

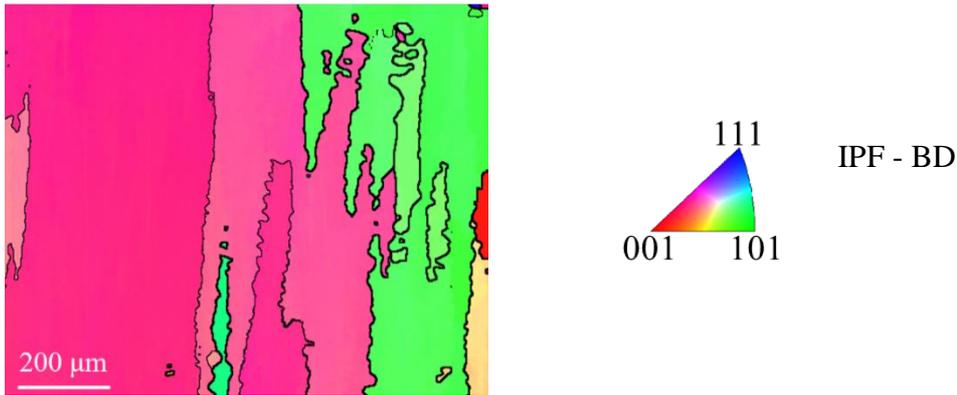
A 950 °C, on observe comme pour les autres procédés une importante précipitation sous forme d'aiguilles de phase  $\delta$  dans les zones enrichies en Nb et Mo (espacements interdendritiques) avec la présence des phases MC et Laves, formées pendant la solidification. A 1200 °C 30' tous les précipités interdendritiques, phase  $\delta$  et les carbures, sont remis en solution mais contrairement au procédé Laser/Poudre la structure colonnaire n'est plus stable : de petits nouveaux grains recristallisés apparaissent dans les joints de grains, **Figure 5-13**. Ici encore, les inclusions de TiN et  $Al_2O_3$  restent stables pendant le traitement thermique d'homogénéisation, ne changeant ni de forme ni de taille. Les inclusions jouent le rôle de frein au mouvement des joints des grains et de germes pour les nouveaux petits grains recristallisés, ce qu'on voit sur la **Figure 5-13** pour le traitement thermique de 1200 °C 30'.



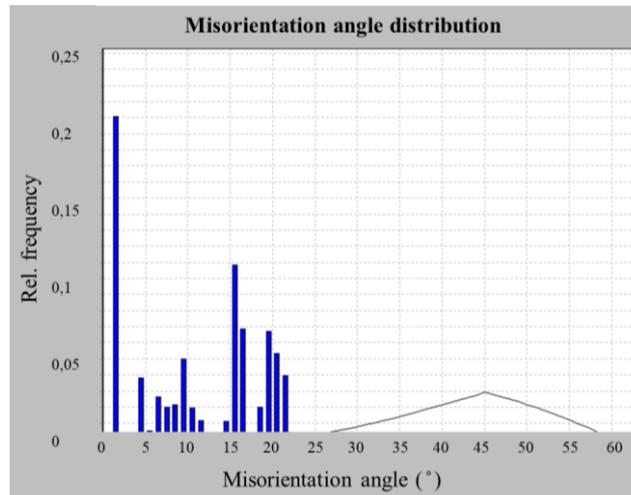
**Figure 5-13 :** Microstructures MEB du dépôt Arc/Fil après traitement thermique.

Une cartographie EBSD de la zone colonnaire dendritique du dépôt Arc/Fil, traitée thermiquement à 1200 °C 30' est donnée sur la **Figure 5-14**. Ces grains ont une largeur moyenne de 30 μm. Il n'y a pas de joints de grains maclés dans la microstructure. Une forte texture cubique avec une intensité de 51,7 est présente.

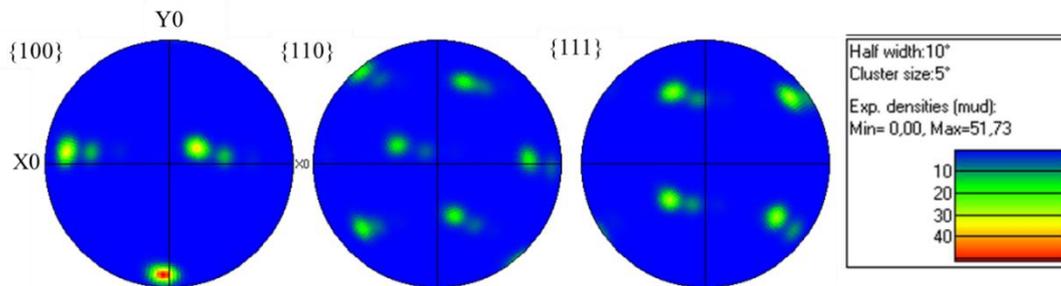
a)



b)



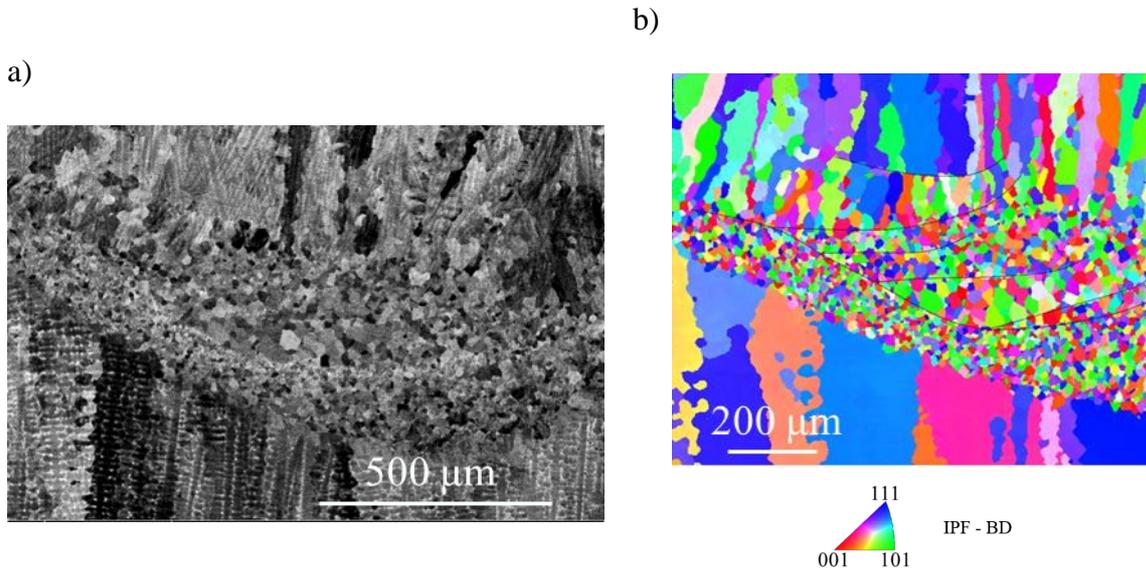
c)



**Figure 5-14 :** Cartographie EBSD de la zone colonnaire dendritique du dépôt Arc/Fil traitée thermiquement à 1200 °C 30' : a) Contraste en IPF ; b) Distribution angulaire des joints des grains ; c) Figure de pôle.

### 1.1.3.2 Zones équiaxes

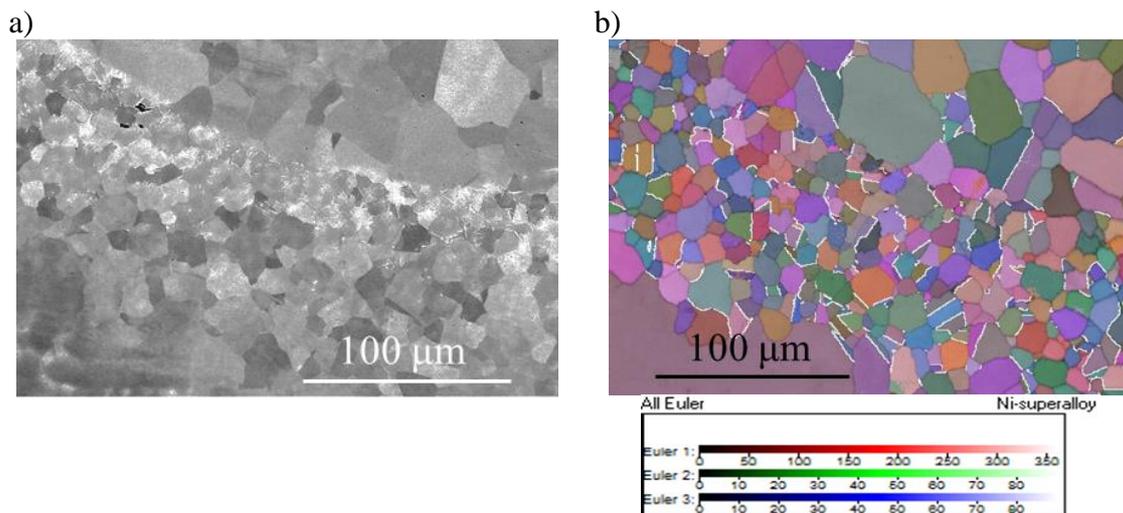
Après un traitement thermique de 950 °C 30' la zone équiaxe du dépôt Arc/Fil est stable. Une cartographie EBSD de la zone équiaxe et son image MEB sont données sur la **Figure 5-15**. Il n'y a aucun changement à l'intérieur de la zone équiaxe en terme de taille de grains. Le gradient de la taille des grains est associé aux mouvements de convection dans la phase liquide de cette zone décrits dans le **Chapitre 3** (marqué par les lignes noires).

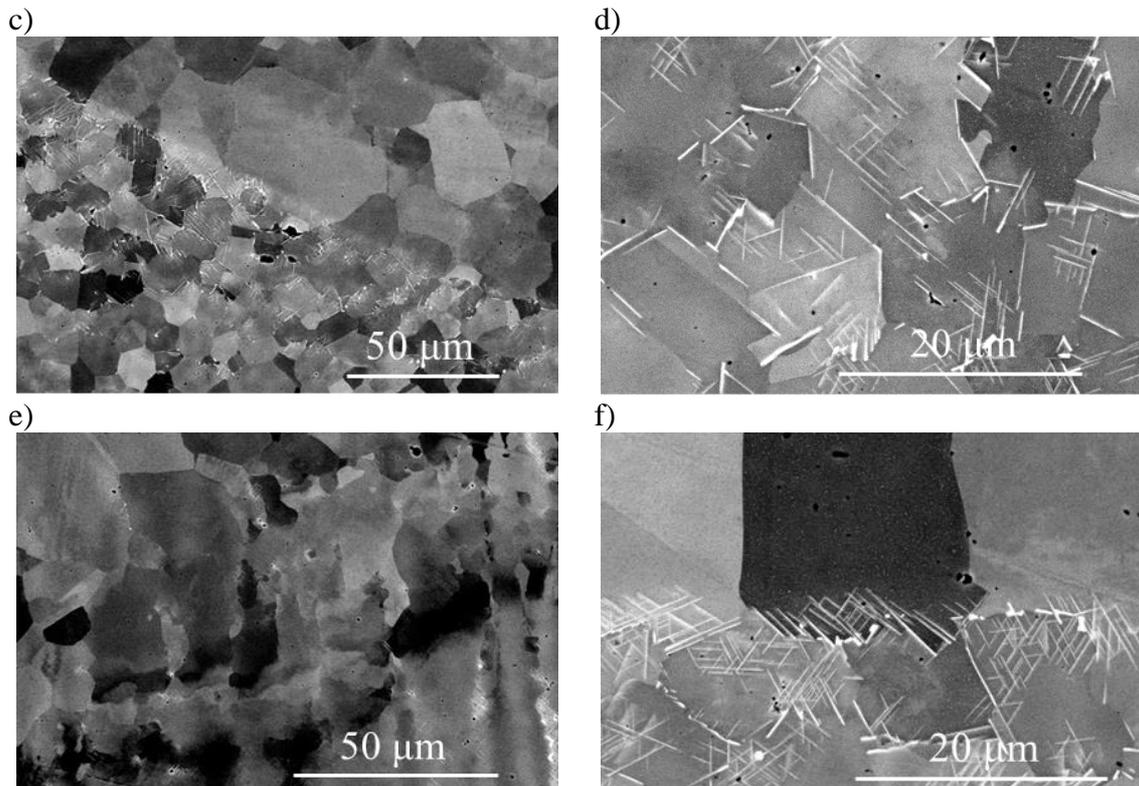


**Figure 5-15 :** a) Image MEB ; b) Cartographie EBSD de la même zone équiaxe du dépôt Arc/Fil traitée thermiquement à 950 °C 30’.

La transformation à l’état solide de la phase de Laves et des carbures, riches en Nb, en phase  $\delta$  révèle la mésoségrégation locale, qui suit le sens d’écoulement (**Figure 5-16 a, c**). Une transition petits/gros grains équiaxes à la frontière de la zone ségréguée (**Figure 5-16 f**) est visible et qui marque le changement des conditions de solidification suite à l’écoulement de la phase liquide. La phase  $\delta$  décore les joints de grains et certaines aiguilles précipitent de façon intragranulaire (**Figure 5-16 d**). Les inclusions sont visibles aussi (points noirs sur les micrographies).

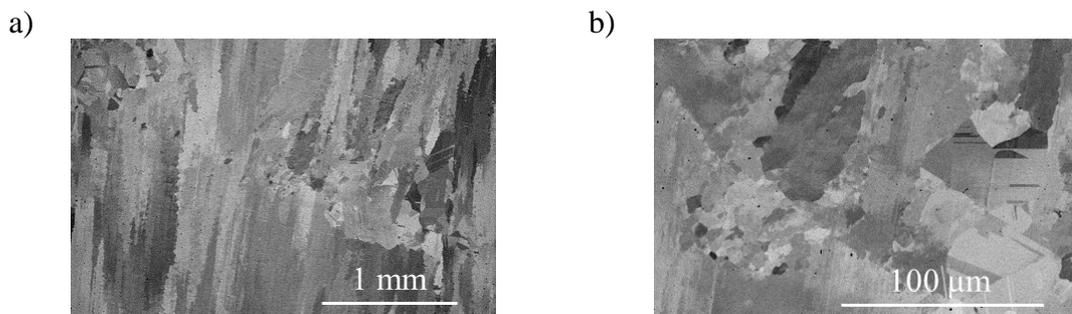
Des macles sont présents également à l’intérieur de cette zone équiaxe sans pouvoir distinguer s’il s’agit des macles issues du traitement thermique ou des macles déjà observés à l’état brut de solidification décrits dans le **Chapitre 3 (Figure 5-16 b)**.

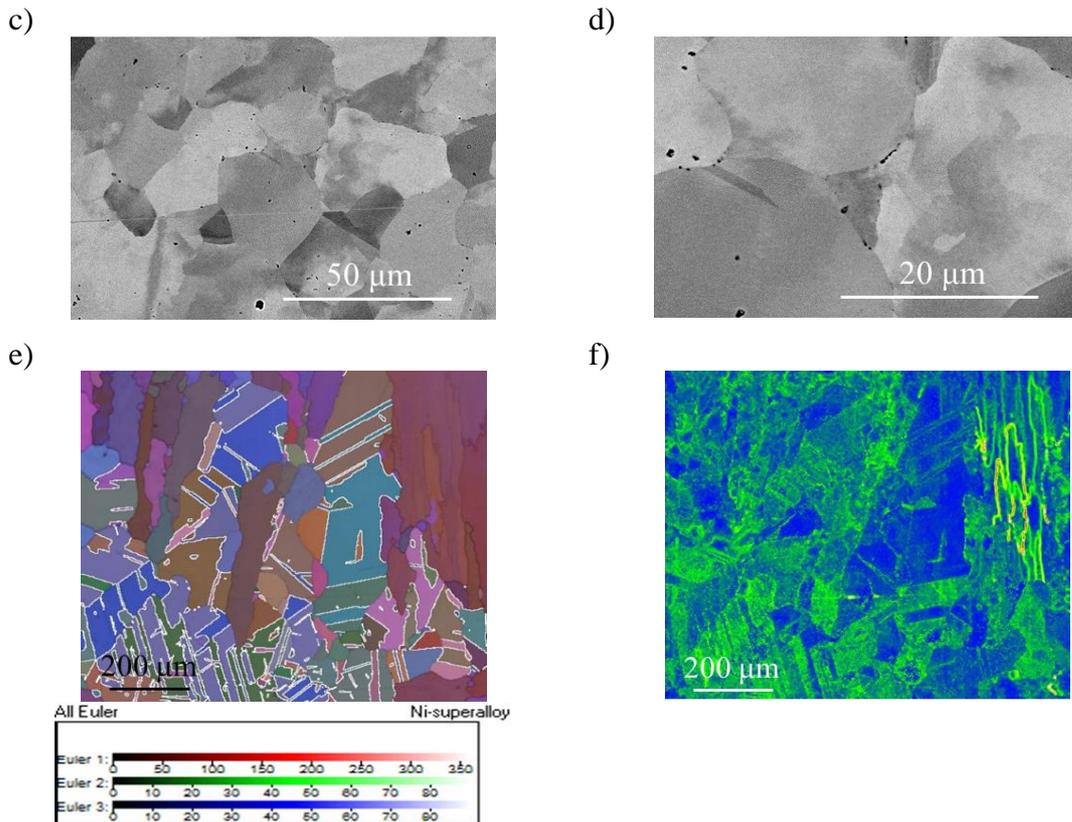




**Figure 5-16 :** a) Image MEB ; b) Cartographie EBSD de la même zone équiaxe ; c) Image MEB avec un zoom sur la même zone ; d) Image MEB avec un zoom sur la partie ségréguée, e) Zoom sur la zone de TCE ; f) Transition petites/gros grains équiaxes au sein de la zone ségréguée du dépôt Arc/Fil traitée thermiquement à 950 °C 30'.

Suite au TT de 1200°C pendant 30' (**Figure 5-17 a, b**), la croissance des grains débute aux interfaces entre les couches des zones aux grains équiaxes fins. En même temps les grains colonnaires restent stables. Cette croissance n'est pas homogène, car certains grains sont retenus par les inclusions (**Figure 5-17 c, d**). Les autres commencent à croître et avoir de nombreux macles de recuit à l'intérieur (**Figure 5-17 b**). La présence des inclusions dans la zone équiaxe fait penser au mécanisme de recristallisation assisté par particules, mais également la courbure des interfaces entre grains recristallisés (**Figure 5-17 e, g**) traduit la mobilité de l'interface typique d'un mécanisme assisté par la déformation, les deux n'étant pas en opposition. La cartographie EBSD des désorientations locales (**Figure 5-17 f**) confirme la nature recristallisée des nouveaux grains avec la courbure, libres de contraintes internes et donc une densité de dislocations faible confirmant que le mécanisme SIBM est opérationnel. La formation des nombreux macles de recuit est aussi le mécanisme de relaxation des contraintes (**Figure 5-17 e, g, i**).





**Figure 5-17 :** a, b) Images MEB de la zone équiaxe du dépôt Arc/Fil traitée thermiquement à 1200 °C 30' de la zone équiaxe après traitement thermique ; c, d) Zoom sur la partie de la zone équiaxe non recristallisée. Cartographie EBSD : e) Carte d'Euler avec les joints de macles ; f) Carte de désorientations locales.

### 1.2 Synthèse et discussion des résultats

La réponse des trois procédés au traitement thermique de mise en solution n'est pas la même. La zone colonnaire est stable pour le traitement thermique de 1200 °C 30' pour les procédés Laser/Poudre et Arc/Fil, ce n'est pas le cas pour le procédé Laser/Fil, il est entièrement recristallisé après ce traitement thermique. Cela peut être le signe des contraintes résiduelles plus élevées pour ce procédé. Les deux autres sont les dépôts mixtes : équiaxes/colonnaires, pour lequel il est possible que les zones équiaxes font accommoder une partie des contraintes résiduelles. Les zones équiaxes commencent à recristalliser les premières avec les mêmes mécanismes, elles sont moins stables et se situent plus hors équilibre que les zones colonnaires. Le procédé Laser/Poudre contient toujours des précipités et nécessite le long traitement pour les remettre en solution. Tous les procédés passent par le pic de précipitation de la phase  $\delta$  sur les précipités interdendritiques. Dans l'alliage 625 conventionnel la précipitation de cette phase nécessite des traitements beaucoup plus longues, ici 30' c'est largement suffisant, cela marque la différence ramenée par la FA.

### 1.3 Cinétiques de précipitations

#### 1.3.1 Dépôt Laser/Fil

On a constaté que pour le procédé Laser/Fil, la phase  $\delta$  se forme avec un maximum de précipitation à 1000°C pendant 30' et peut encore être trouvée dans la microstructure à 1100°C pendant 30' (croix rouges sur le diagramme TTT de la **Figure 5-18 a**, extrait de [3]). (Dans la référence [3] la courbe rouge pour le domaine d'existence de la phase  $\delta$  est tracée pour le procédé lit de poudre avec des conditions de solidification extrêmes). Pour le procédé, Laser-Fil, le domaine d'existence de la phase  $\delta$  doit être étendu aux températures plus élevées. Le procédé Laser/Fil semble conduire à une répartition différente de la microségrégation dans les espaces interdendritiques avec une augmentation du PDAS et une augmentation de la taille des précipités interdendritiques. Cela pourrait réduire le temps nécessaire à la précipitation de la phase  $\delta$  et augmenter la force motrice de cette précipitation. Pour une température de

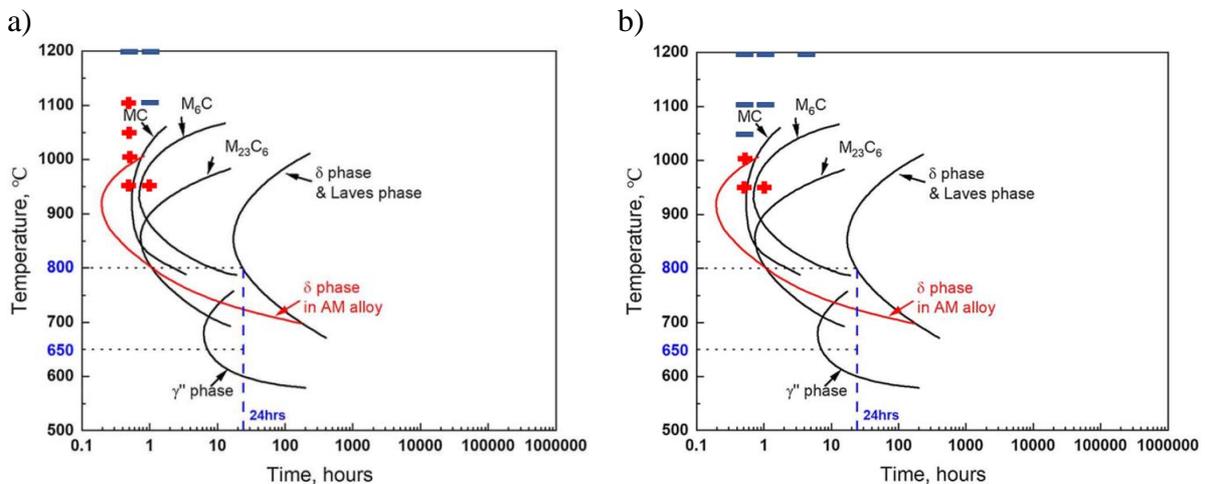
1100°C pour un traitement thermique de recuit de 30' on observe une forte diminution de la phase  $\delta$  à cause de sa dissolution dans la matrice. La température de solubilité pour 3.5 % en poids de Nb, devrait être proche de 1100°C. Effectivement après un traitement thermique de recuit de 1h, aucun précipité de phase  $\delta$  n'est trouvé dans la microstructure. Ce traitement thermique d'homogénéisation semble être optimal pour le dépôt Laser/Fil.

### 1.3.2 Dépôt Laser/Poudre

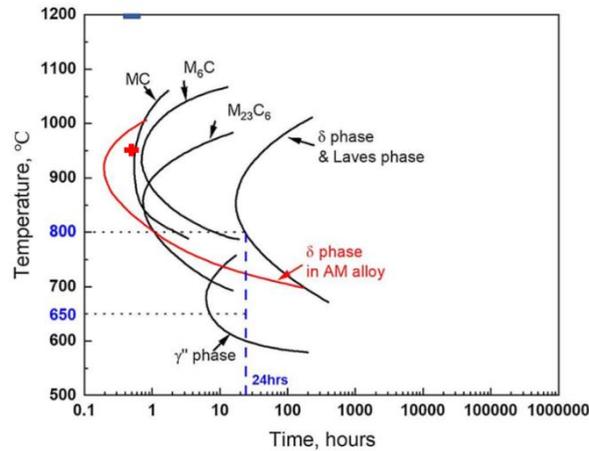
Dans ce cas, la phase  $\delta$  se forme avec un maximum de précipitation à 950 °C après 30' et peut encore être trouvée dans la microstructure à 1050 °C pendant 30' (croix rouges sur le diagramme TTT de la **Figure 5-18 b**, extrait de [3]). Pour ce procédé, le domaine d'existence de la phase  $\delta$  est plus en accord avec le diagramme TTT proposé par [3], contrairement au procédé Laser/Fil. Par contre cette fois le domaine d'existence des carbures doit être élargi pour les températures plus hautes et les temps plus longs (traits bleus). La quantité de chaleur moins élevée que dans le procédé Laser/Fil semble conduire à un niveau plus faible de microségrégation. Effectivement le taux de refroidissement plus élevé s'accompagne d'une diminution de l'espacement interdendritique et une diminution de la taille des précipités : la rétrodiffusion peut être active sur des distances plus courtes. Cela pourrait réduire la force motrice de la précipitation de la phase  $\delta$ . Par contre la précipitation des carbures est beaucoup plus favorables dans le cas du dépôt Laser/Poudre, ils restent très stables pendant le TT apparemment même à plus haute température que le solvus proposé pour cet alliage d'après la simulation Thermo-Calc à l'équilibre avec la base des données TCNI8 dans le travail [4]. Les carbures conservent les éléments d'alliages nécessaires (surtout Nb) pour précipiter la phase métastables ordonnés cohérente  $\gamma''$ . Cela veut dire que la réponse au vieillissement serait plus faible que pour le dépôt Laser/Fil. Ce traitement thermique d'homogénéisation semble être quand même optimal pour le dépôt Laser/Poudre.

### 1.3.3 Dépôt Arc/Fil

Concernant le procédé Arc/Fil (**Figure 5-18 c**) : pour le traitement thermique à 950 °C pendant 30' la microstructure reste inchangée mis à part la précipitation de la phase  $\delta$  sur les précipités interdendritiques dans le cas de la structure colonnaire et sur les précipités intergranulaires dans le cas de la structure équiaxe (croix rouge sur le diagramme TTT de la **Figure 5-18 c**, extrait de [3]). La microstructure traitée thermiquement est similaire au procédé Laser/Fil, la seule différence étant que la phase  $\delta$  dans le procédé Arc/Fil peut précipiter à l'état brut de solidification. Cette précipitation se passe dans les zones ségréées au sein de la zone équiaxe. Le traitement thermique à 1200 °C pendant 30' dissout tous les précipités et remet tous les éléments en solution, en revanche la structure colonnaire reste stable, mais on observe la croissance des grains dans les zones équiaxes.



c)



**Figure 5-18 :** Diagramme TTT de l'alliage In625 [3] avec le domaine de précipitation de la phase  $\delta$  affiné pour procédés: a) Laser/Fil ; b) Laser/Poudre ; c) Arc/Fil.

### 1.4 Recristallisation

Les mécanismes de recristallisation dépendent de l'énergie stockée pendant la déformation, de la température, du type de déformation et de la présence d'une phase secondaire. Dans le cas des matériaux monophasiques, la nucléation peut être expliquée par la migration des joints de grains due à l'état de déformation "SIBM" (Strain Induced grain Boundary Migration). Ce mécanisme implique un gonflement d'un joint de grain, grâce à l'énergie stockée ( $E_1 < E_2$ ), afin de la minimiser. Dans le cas des matériaux biphasés, il existe un autre mécanisme "PSN" (Particle Stimulated Nucleation), dans lequel les particules de phase secondaire peuvent activer la germination des nouveaux grains. Ce mécanisme est observé lorsque la taille des précipités est supérieure à  $1 \mu\text{m}$ , et ne se déforment pas afin de bloquer le mouvement des dislocations. Ces particules peuvent favoriser la recristallisation, mais aussi la retarder (effet Zener). Pour les matériaux à SFE faible ou moyen, il existe un mécanisme de recristallisation complémentaire, consistant en la formation des macles de recuit. La formation de ce type de macle dépend de la taille des grains avant le traitement thermique, du taux de déformation et de l'énergie de défauts d'empilement (SFE).

Les **Tableaux 5-2** pour les structures colonnaires et **5-3** pour les structures équiaxes dressent une synthèse des principales observations réalisées au cours des traitements de remise en solution, en comparant la stabilité des structures suivant leur mode d'élaboration.

## Chapitre 5. Traitements thermiques

### 1.4.1 Structure colonnaire

**Tableau 5-2 :** Synthèse des observations au cours du traitement de remise en solution des structures colonnaires.

Traitement thermique	Laser/Fil	Laser/Poudre	Arc/Fil
950°C 30'	Stable Précipitation de la phase $\delta$ Joints de grains mobiles	id.	id
1000°C 30'	Stable Pic de précipitation de la phase $\delta$	Stable Début de dissolution de la phase $\delta$ et des carbures	-
1050°C 30'	Stable Début de dissolution de la phase $\delta$	Stable Fin de dissolution de la phase $\delta$ Dissolution partielle des carbures	-
1100°C 30'	Stable Fin de dissolution de la phase $\delta$	Stable Dissolution partielle des carbures	-
1200°C 30'	Instable Recristallisation terminée	Stable Dissolution partielle des carbures	Instable Début de recristallisation Précipités dissouts

### 1.4.2 Structure équiaxe

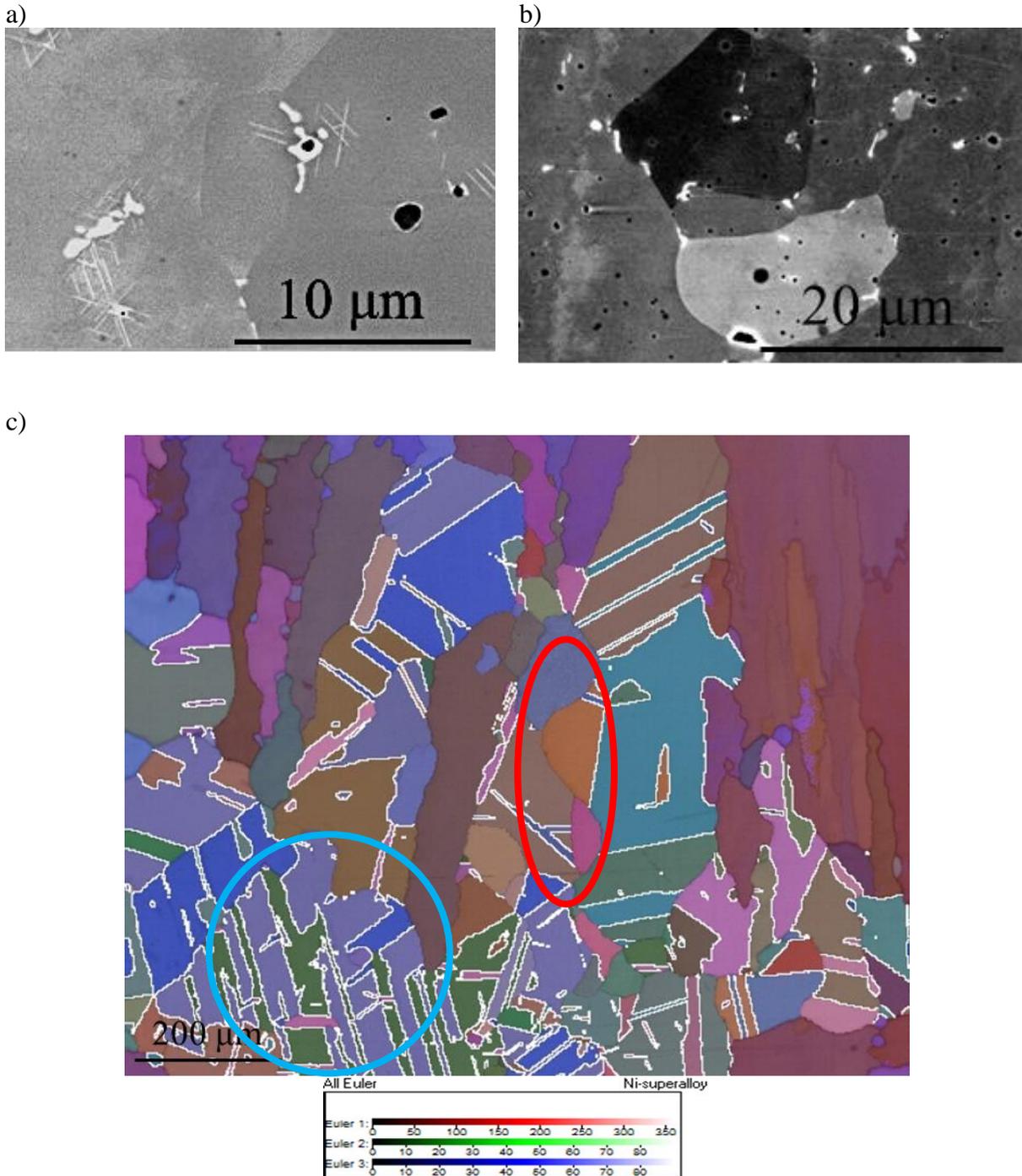
**Tableau 5-3 :** Synthèse des observations au cours du traitement de remise en solution des structures équiaxes.

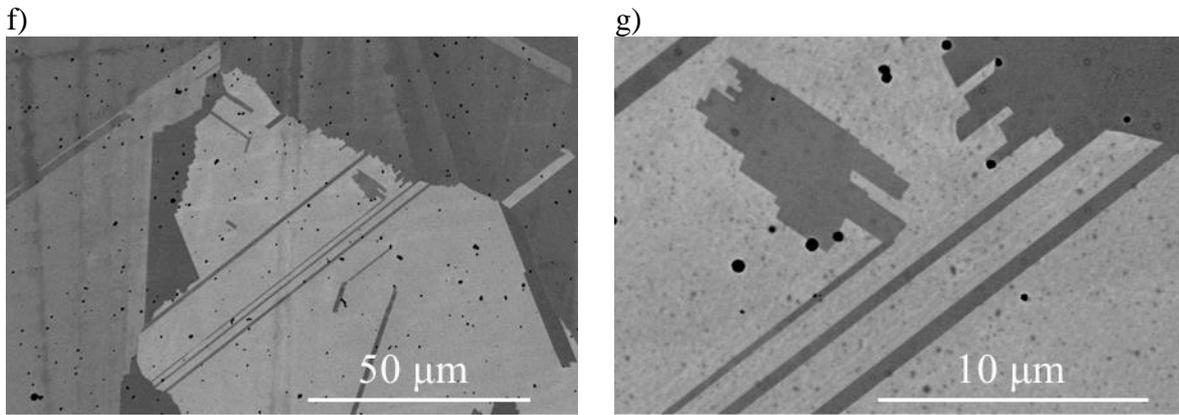
Traitement thermique	Arc/Fil	Laser/Poudre
950°C 30'	Stable Précipitation de la phase $\delta$ Joints des grains mobiles	Stable Précipitation de la phase $\delta$ Joints des grains mobiles
1200°C 30'	Instable Précipités dissouts Recristallisation terminée	Instable Dissolution partielle des carbures Recristallisation terminée

Les observations microstructurales font apparaître que probablement les trois mécanismes cités entrent en jeu lors de la recristallisation de nos murs **Figure 5-19**. Par exemple, la **Figure 5-19 c**, (zone équiaxe recristallisée suite au Traitement thermique de 30' à 1200°C dans le dépôt Arc/Fil), présente des joints de grains « courbes » signe du mécanisme SIBM (ellipse rouge). Ces grains courbes sont observés dans l'ensemble de nos structures. Également, de nombreux macles de recuit confirment l'importance du maillage dans les mécanismes de recristallisation (rond bleu) **Figure 5-19 d**.

## Chapitre 5. Traitements thermiques

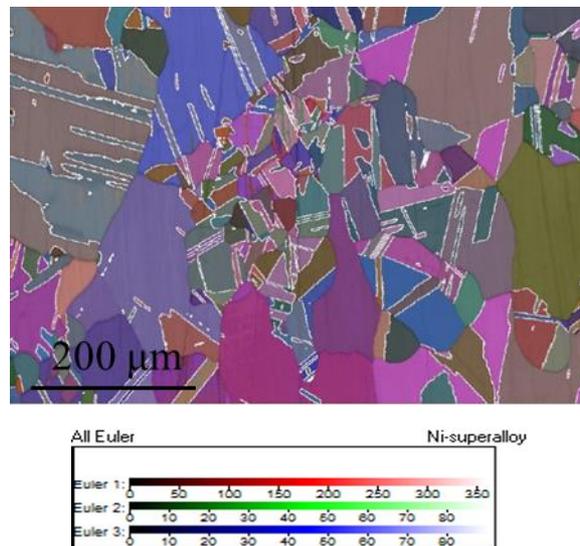
Par ailleurs il est fréquent d'observer des macles de recuit formés et tenus par des précipités dans le dépôt Laser/Poudre, comme le montre la **Figure 5-19 d-e**. Il est possible que les inclusions servent de germe pour les macles de recuit. On observe également des marches sur ces joints de grains maclés. Le mécanisme PSN semble actif dans ces dépôts pour les températures de traitement thermique faibles – 950 °C, par exemple, quand il y a beaucoup des précipités, issus de la microségrégation pendant la solidification.





**Figure 5-19 :** a-b) Exemples de la recristallisation PSN ; c) Recristallisation SIBM ; e-f) Maillage de recuit.

Concernant la zone colonnaire l'observation des microstructures indique que là aussi, le mécanisme SIBM et le maillage participent activement à la recristallisation (**Figure 5-20**).



**Figure 5-20 :** Cartographie EBSD de la zone colonnaire recristallisée du dépôt Laser/Fil suite au traitement thermique de 1200 °C 30'.

L'absence de recristallisation des zones colonnaires dans le procédé Laser Poudre et son arrivée très lente dans le procédé Arc/Fil sont étonnantes. Dans le cas du procédé Laser/Poudre, le traitement de 1h30 à 1200°C a permis de remettre en solution les carbures, sans pour autant faire démarrer la recristallisation : ce point semble indiquer que ce n'est pas leur présence qui la bloquerait. Une hypothèse peut être émise que nous n'avons pas pu vérifier : les contraintes résiduelles à l'état brut de solidification seraient moins grande pour les procédés Laser/Poudre et Arc/Fil. Le procédé Laser/Fil impliquant une densité d'énergie intermédiaire entre Laser/Poudre et Arc/Fil il est délicat de vouloir relier à cette grandeur un niveau de contrainte résiduelle plus élevée pour Laser/Fil que pour les deux autres procédés. Par contre, Laser/Poudre et Arc/Fil présentent tous deux des zones équiaxes qui sont rapidement le siège de recristallisation. Naturellement, la recristallisation est liée à la taille de grains de la structure initiale, donc plus favorable dans ces zones, (concentration des précipités aux joints des grains, nombre très élevé des joints des grains, qui peuvent servir comme la source de germination) mais on peut également penser que :

- Soit au cours de la construction, les zones équiaxes sont le siège préférentiel de l'établissement des contraintes résiduelles, relaxant de ces contraintes les zones colonnaires,

## Chapitre 5. Traitements thermiques

- Soit que la recristallisation préférentielle de ces zones au cours du traitement réduise la force motrice pour la recristallisation des zones colonnaires.

Ce n'est sans doute pas de ce côté que résiderait la diminution des contraintes résiduelles en cours d'élaboration.

Les microstructures colonnaires ont par ailleurs une stabilité thermique accrue [7,9], donnée par les inclusions, les précipités interdendritiques et surtout par les contraintes résiduelles sous forme de la densité de dislocation plus faible.

### 2. Occurrence de la symétrie pentagonale

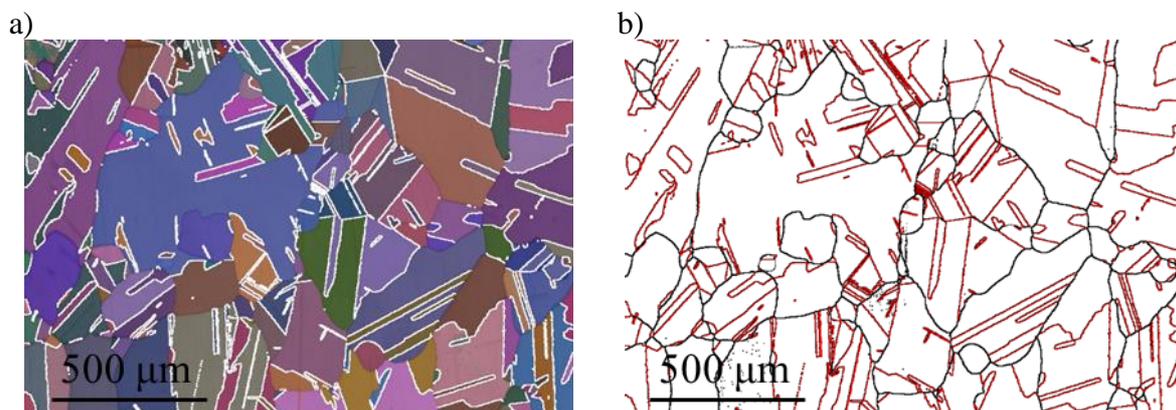
A plusieurs reprises dans le cadre de cette étude des grains présentant une symétrie d'ordre 5 ont été observés. De récentes études décrivent l'existence de grains présentant une symétrie d'ordre 5 à l'état brut de solidification par élaboration additive d'Inconel 718. Les auteurs proposent un mécanisme de germination depuis l'état liquide assisté par des germes icosaédriques (ISRO) conduisant à des précipités maclés sur lesquels la croissance pentagonale s'établirait. En revanche, aucun article à notre connaissance ne relate l'existence de symétrie pentagonale dans le matériau issu de la FA pendant le traitement thermique de recuit.

Devant l'évidence expérimentale de telles symétries, nous nous sommes efforcés de déterminer le ou les mécanismes susceptibles d'expliquer ces observations. Nous présentons de façon un peu plus détaillée dans la suite de cette partie, les observations relatives à ces symétries et proposons un mécanisme d'établissement de ces structures.

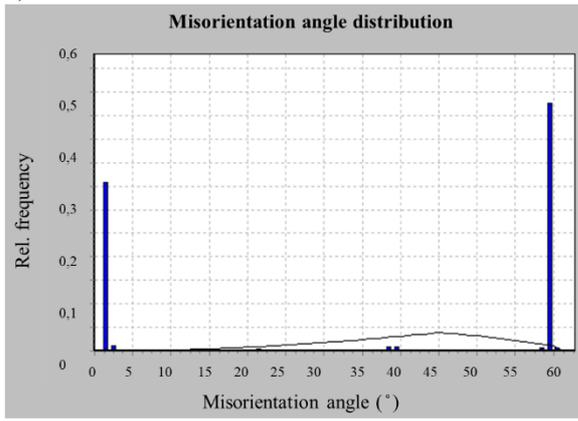
#### 2.1.Observations expérimentales

##### 2.1.1. Constatations préliminaires

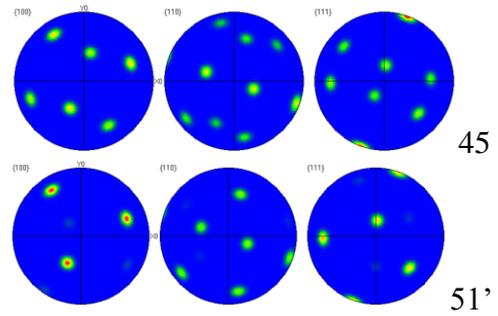
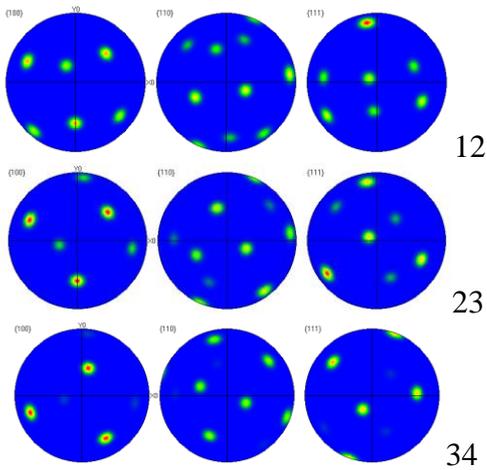
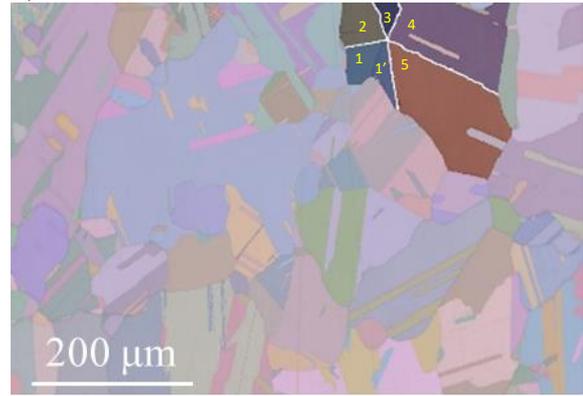
La carte EBSD du traitement thermique à 1200 °C pour le dépôt Laser/Fil de 30' est présentée ci-dessous **Figure 5-21**. La microstructure est entièrement recristallisée de manière homogène avec une distribution de la taille des grains recristallisés. L'ex microstructure dendritique colonnaire, est presque entièrement effacée par la recristallisation. Les macles de recuit sont très présentes dans la microstructure. Aucune phase de Laves ou carbures de NbC n'ont été trouvés dans l'imagerie BSE ou par EDS. Le Nb et le Mo semblent être bien homogénéisés dans la matrice d'austénite. La carte EBSD montre une fraction élevée de macles (fréquence relative de 0,5) : macles de recuit, situés à l'intérieur du grain parent, et joints de grains maclés. Les grains à grands angles ont une fréquence relative de 0,35, inférieure à celle des grains maclés. Tous les joints de grains maclés sont surlignés en rouge (**Figure 5-21 b**). Certaines zones, constituées de joints de grains maclés de la **Figure 5-21 d**, présentent une symétrie pentagonale, avec une direction cristallographique commune  $\langle 110 \rangle$ . Sur la **Figure 5-21 e** une figure de pôle présente un axe pentagonal résultant de l'intersection de cinq grains possédant une relation de maclage, comme le montre les figures de pôle respectives. Quatre configurations pentagonales différentes ont ainsi été observées sur cette même carte, que nous avons mis en surbrillance sur les figures **d, e, f et g**, en vis-à-vis des figures de pôles reflétant la symétrie d'ordre 5.



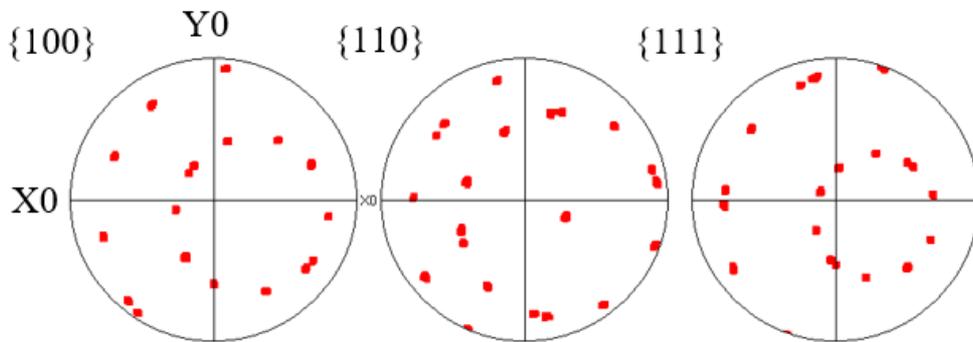
c)



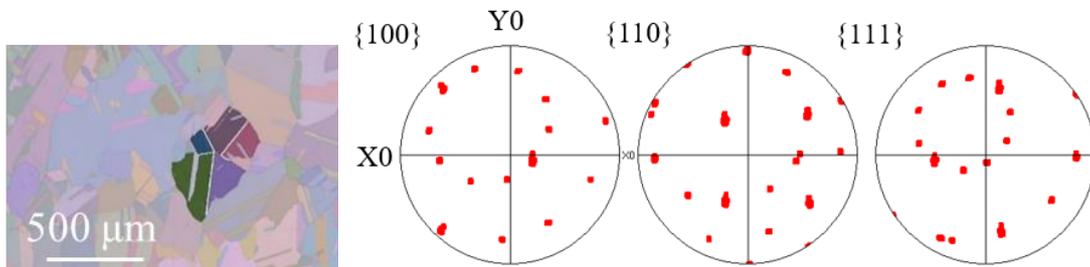
d)

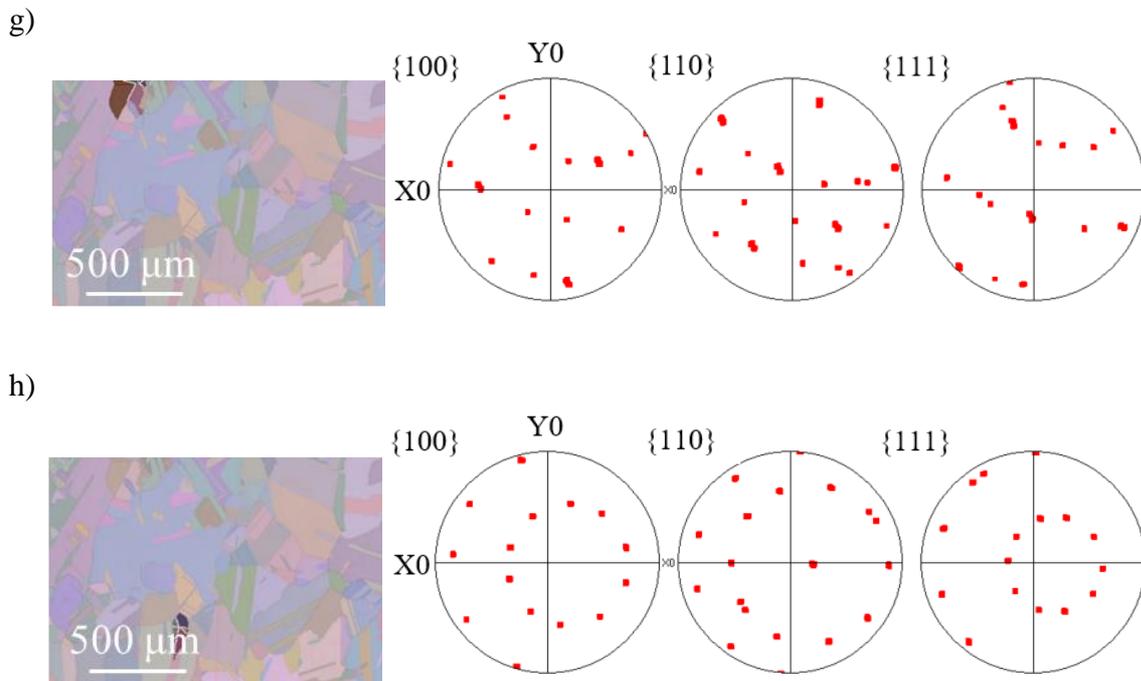


e)



f)





**Figure 5-21 :** a) Carte EBSD d'Euler ; b) Carte EBSD des joints des grains ; c) Carte de désorientations angulaires ; d) Premier axe pentagonal ; e) Figure de pôle de cet axe ; f) Deuxième axe pentagonal avec sa figure de pôle ; g) Troisième axe pentagonal avec sa figure de pôle ; h) Quatrième axe pentagonal avec sa figure de pôle du dépôt Laser/Fil recuit à 1200 °C pour 30 min.

Ces apparitions de symétrie pentagonales ont été souvent observées lors des traitements thermiques de recuit haute température pour tous les procédés, étudiés dans ce travail : Laser/Fil, Laser/Poudre et Arc/Fil et semble donc être une structure « stable » (**Annexe 2**).

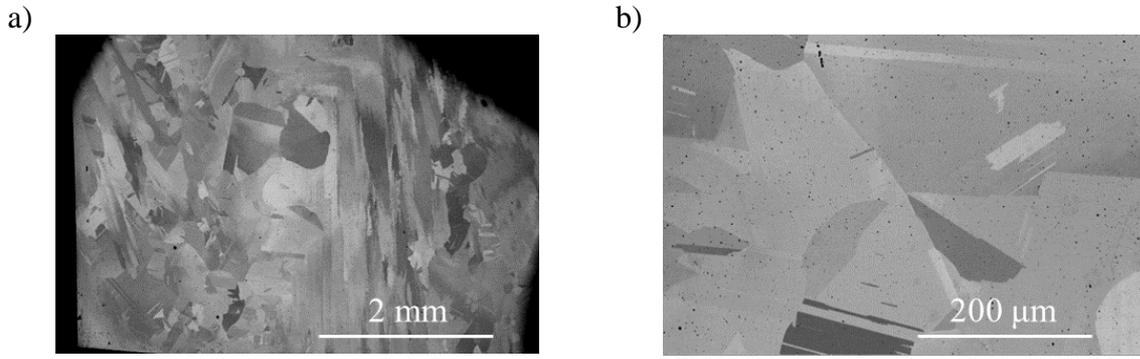
## 2.2.Hypothèses sur l'origine

### 2.2.1. Germination depuis un arrangement icosaédrique dans la phase liquide

Une des hypothèses d'origine de la croissance pentagonale réside dans l'apparition d'un germe à symétrie icosaédrique depuis la phase liquide. L'absence de symétrie pentagonale à l'état brut de solidification ne permet pas de supprimer cette hypothèse : au cours du traitement thermique il n'est pas impossible que la liquation des zones ségréguées conduit à l'apparition de tels germes. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons effectué dans le cas du dépôt Laser/Fil un traitement thermique en deux étapes : homogénéisation à une température inférieure à celle où la recristallisation est observée (1100 °C – 30') pour éliminer au maximum les traces de microségrégation (qui peut être sévère, comme le montre la simulation Scheil de Thermo-Calc est donné en **Annexe 4**) et de liquation ultérieure suivi d'un traitement thermique de « recristallisation » à 1200 °C pendant 30'.

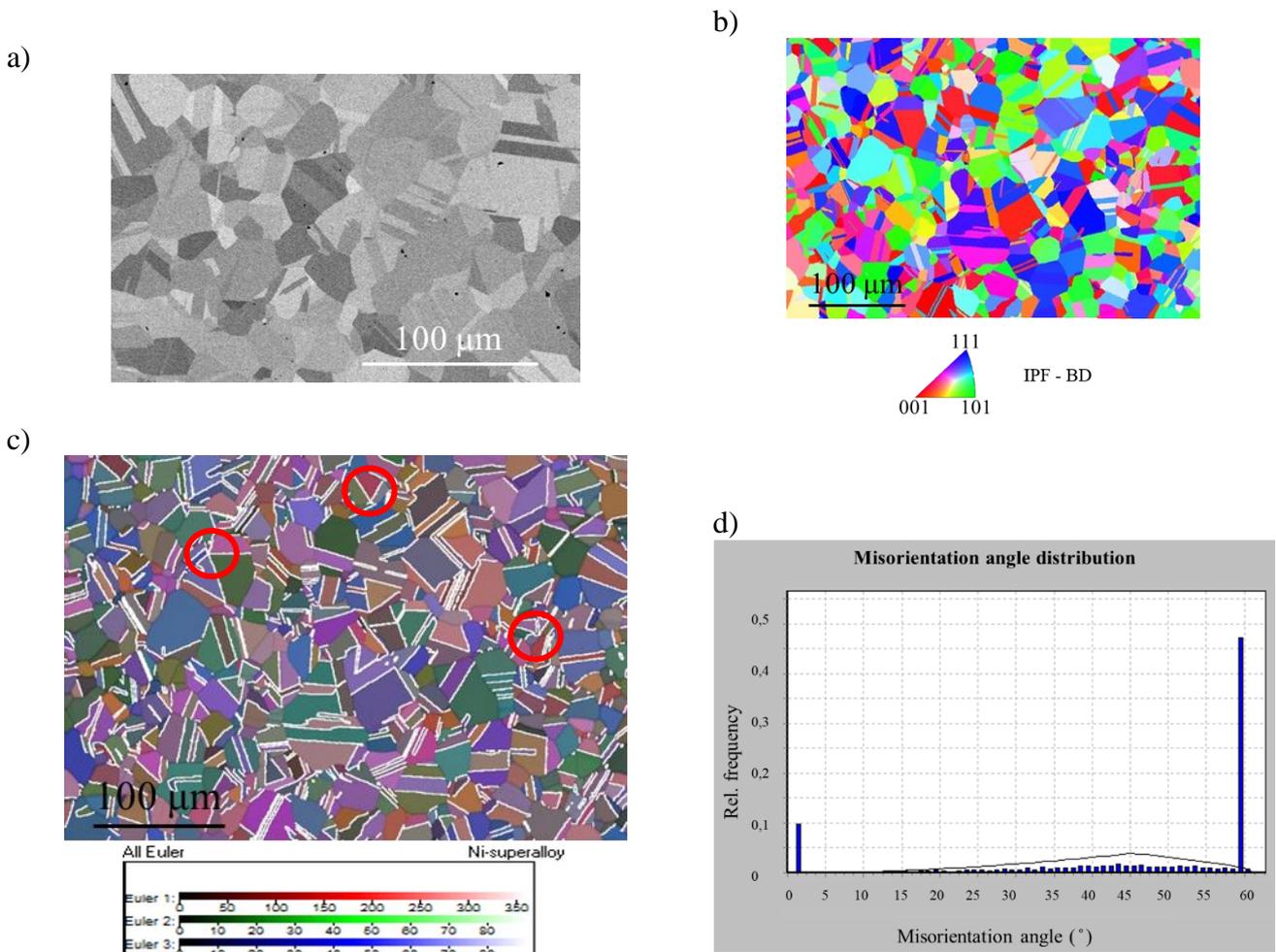
A l'issue du traitement on observe une recristallisation moins importante comme le montre la **Figure 5-22 a** et non homogène dans l'ensemble de l'échantillon : la zone centrale des cordons contient encore des grains colonnaires, mais la zone d'intersection des cordons possède des zones partiellement recristallisées. Dans ces zones, l'image MEB de la **Figure 5-22 b** présente un axe pentagonal possible (ellipse rouge - hypothèse restant à confirmer via une analyse EBSD). Ces observations appuient l'hypothèse selon laquelle les germes issus de la phase liquide ne seraient pas nécessaires à l'établissement de structures pentagonales.

La diminution du taux de recristallisation à l'issue du 2<sup>ème</sup> traitement peut être reliée à une relaxation des contraintes résiduelles au cours de la première étape conduisant à une diminution de la force motrice pour la recristallisation et par là à une probabilité plus faible de symétrie pentagonale si elle est reliée au nombre de grains recristallisés. Par ailleurs, aucune preuve de la présence de précipités dans la position de l'axe pentagonal n'a été trouvée.

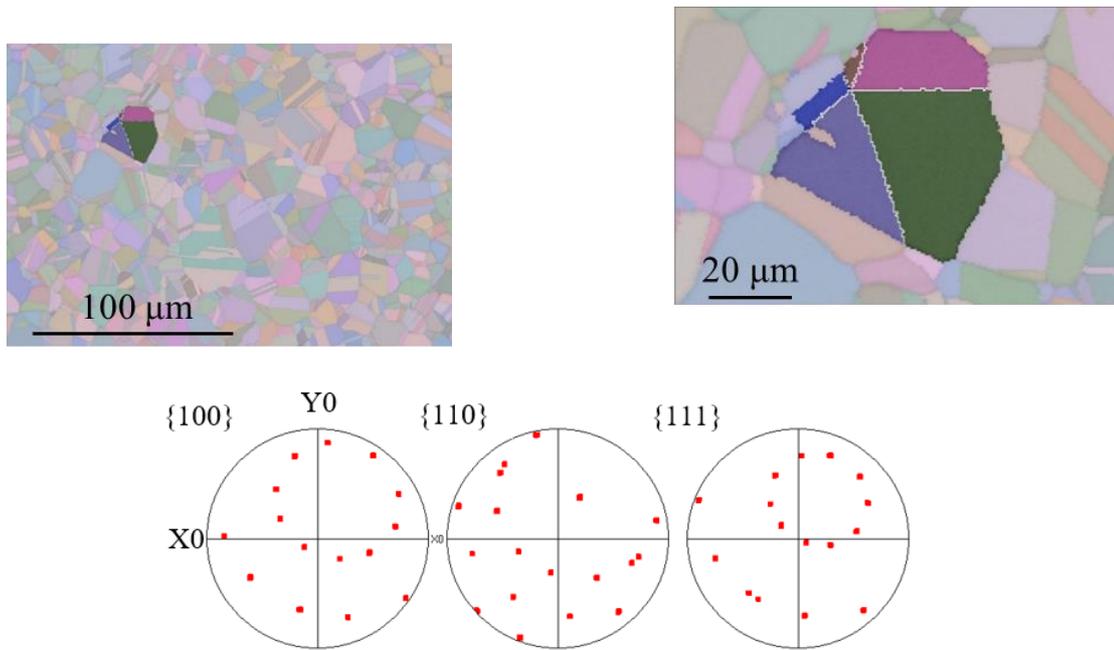


**Figure 5-22 :** a) Image BSE générale après le double traitement – on observe une recristallisation partielle de la structure (à comparer avec **Figure 5-1**) ; b) Axe pentagonal possible dans le cadre de double traitement thermique du dépôt Laser/Fil.

Pour aller plus loin dans la mise en évidence de l'importance ou non du mécanisme ISRO sur l'apparition de grains pentagonaux, nous avons analysés la microstructure d'une barre de 625 laminé à 900 °C dont est issu le fil servant à l'élaboration additive : d'une part, la barre laminée ne présente pas de microségrégations et la température basse de laminage élimine la possibilité de liquation, d'autre part, le laminage promeut la recristallisation. La microstructure type donnée **Figure 5-23** présente une microstructure presque entièrement recristallisée (92,2 %) et une texture aléatoire avec de nombreux joints de grains maclés et macles de recuit (48 %) pour une taille de grain de 10 μm. Trois axes pentagonaux ont été trouvés à l'intérieur de cette carte (ellipse rouge) : même si le mécanisme ISRO peut contribuer à l'établissement de grains à symétrie pentagonale, il n'est à priori pas le seul responsable.



f)

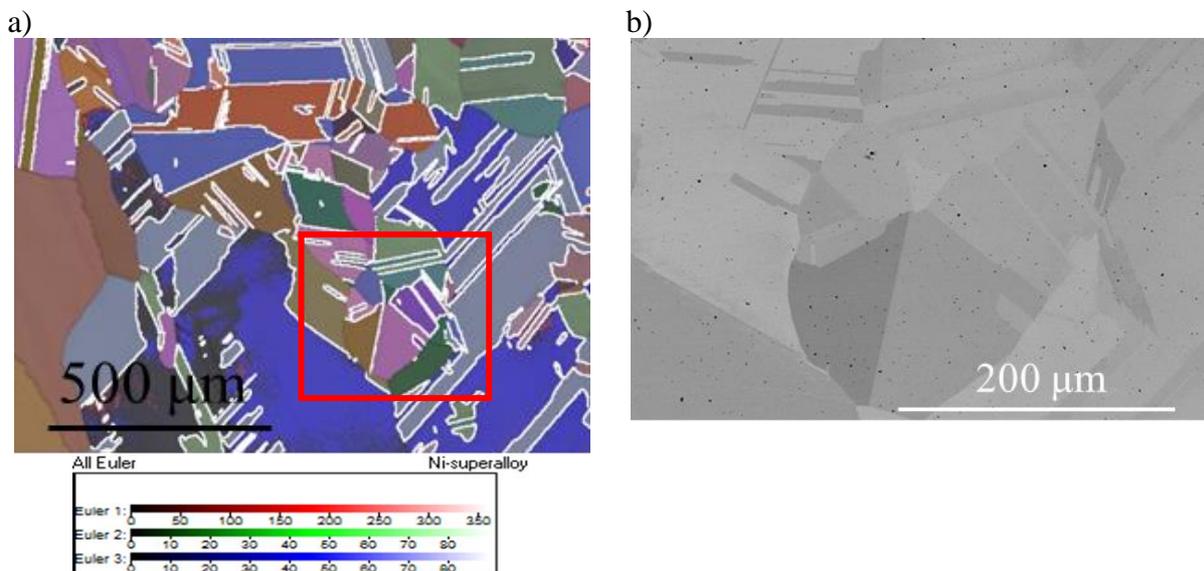


**Figure 5-23 :** In625 conventionnel : a) Image BSE de la microstructure ; b) Carte IPF-BD ; c) Carte Euler avec les joints des grains maclés ; d) Distribution angulaire des joints des grains ; e) Carte Euler et figure de pôle d'un des trois axes pentagonal identifié.

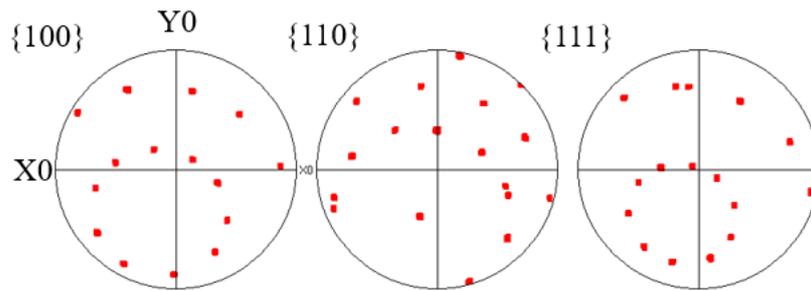
### 2.2.2. Germination sur précipités

Les observations précédentes peuvent donner à penser que la symétrie pentagonale observée soit issue d'un germe de recristallisation d'orientation favorable tels que des précipités. Des travaux montrent l'existence de maillage à l'intérieur des carbonitrides [1] et la germination possible sur TiC dans le cas de l'alliage 718 [2]. [3] a montré qu'effectivement le carbure MC peut avoir une croissance maillée dans des conditions de solidification rapide. De la même manière, TiN dans les conditions particulières du procédé de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) montre aussi une croissance maillée [4] : malgré la symétrie cubiques de ces phases, elles peuvent donc donner lieu sous certaines conditions à une croissance avec symétrie d'ordre 5 ou 10 qui pourraient être germes de cristaux pentagonaux.

En l'absence de ségrégations dans l'échantillon laminé, certaines phases secondaires stables sont malgré tout observées dans la microstructure (**Figure 5-24 a**) : des carbures MC et quelques inclusions stables (TiN) (points noirs sur la figure) peuvent être trouvés, mais aucune ne semble être à l'origine des structures pentagonales observées.



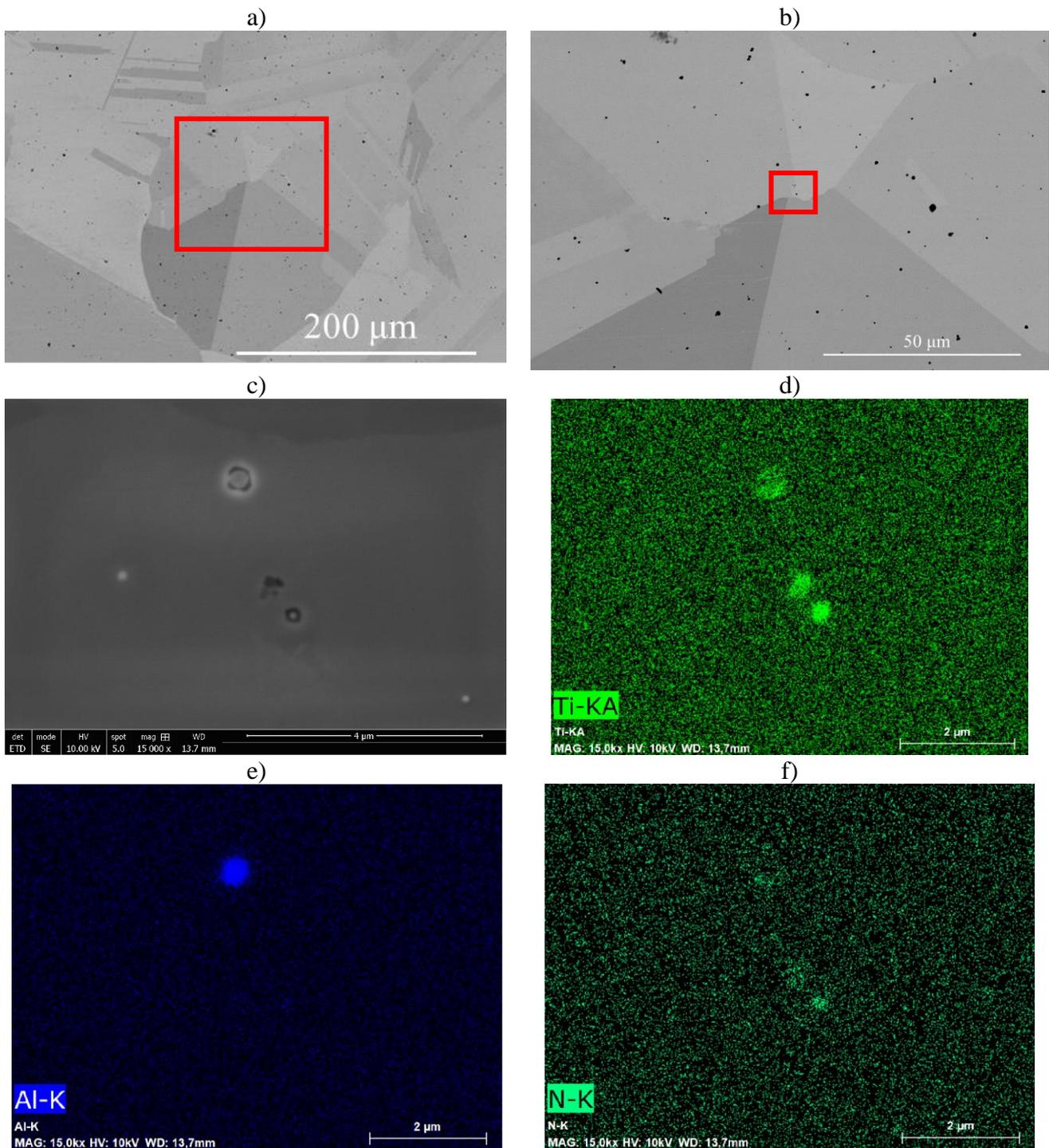
c)



**Figure 5-24 :** a) Axe pentagonal dans le dépôt Laser/Fil après le traitement thermique de recuit ; b) Image MEB avec un zoom sur cet axe ; c) figure de pôle respective.

Un zoom **Figure 5-25 b** de l'axe pentagonal présenté **Figure 5-25 a**, montre des inclusions très proche du centre de cet axe. L'existence des inclusions TiN dans l'alliage 625 issu de la FA a été confirmée dans de nombreuses études [5,7]. Dans notre cas les inclusions d'alumine et TiN sont les seules qui restent stables dans la microstructure après le TT de 30' à 1200 °C.

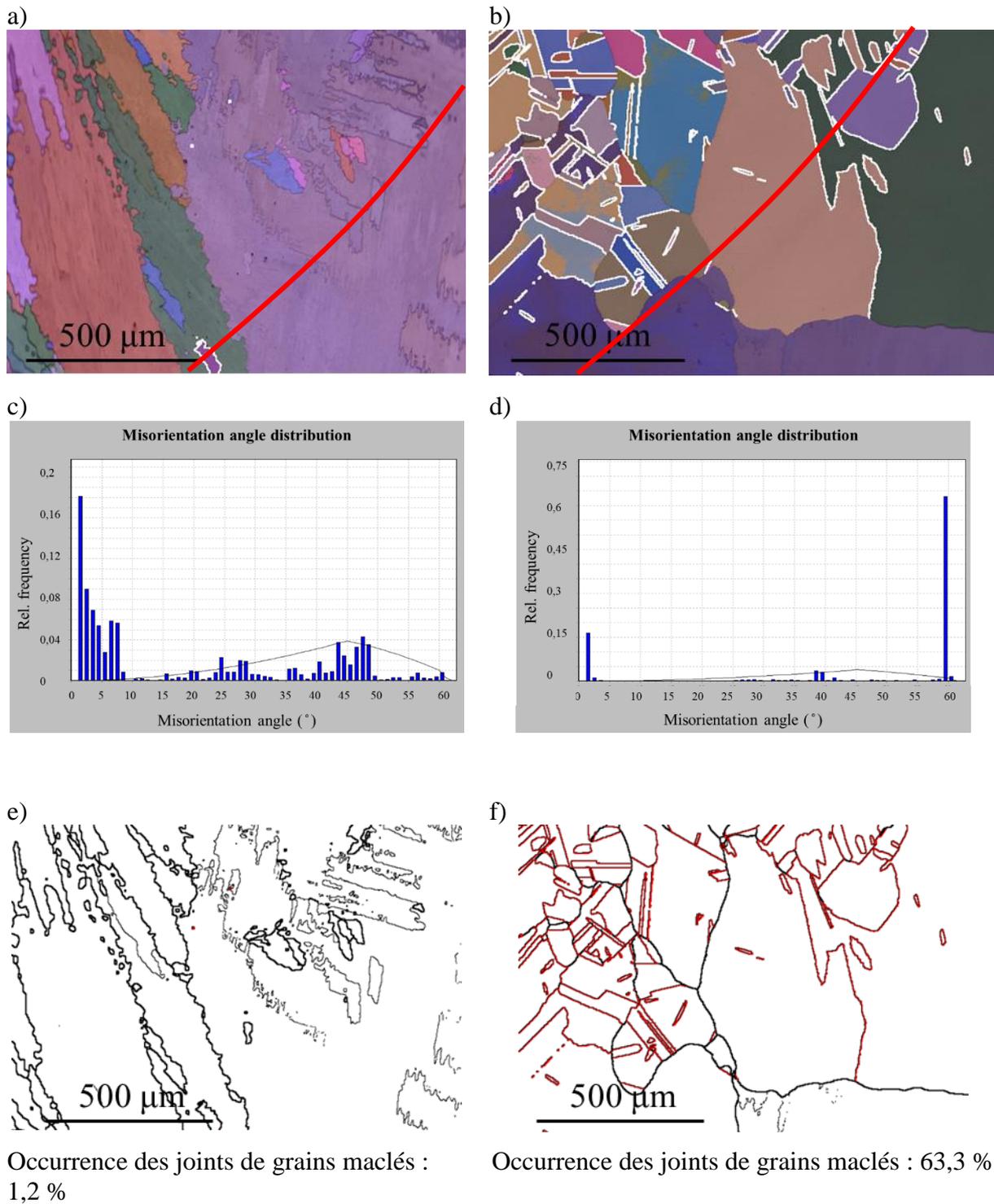
L'analyse EDS (**Figure 5-25 e-f**) confirme la nature complexe et varié de ces précipités. Noyau sphérique d'Alumine –  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (diamètre de 300 nm) couvert par une coque, riche en Ti et N : probablement le Nitrure de Titane – TiN. Précipité étoilé avec quatre branches ayant un centre de germination. La morphologie ressemble à celle du carbure NbC présenté dans les travaux [5,7]. Cette particule montre un mécanisme de croissance maclée, vue et décrite dans les travaux [7,8]. Cela confirme la possibilité d'avoir des précipités maclés (la faible taille des précipités favorise l'existence des macles). Leur formation pendant la solidification ou pendant le traitement thermique suivi par la trempe à l'eau est toujours en question. Selon certains auteurs, ce type de précipités peut être à l'origine de croissance pentagonale depuis la solidification [3]. Il est cependant très rare que la coupe de l'échantillon tombe « exactement » sur le germe et la taille des précipités n'a pas permis avec la limite de résolution EBSD employée dans notre étude de déterminer si des relations d'orientations particulières entre le précipité et les différentes familles de plans pentagonaux existaient, permettant d'appuyer l'hypothèse de germination et croissance sur ces particules.



**Figure 5-25 :** a) Image MEB d'un zoom sur un nœud pentagonal dans le dépôt Laser/Fil après le traitement thermique de recuit ; b) zoom de (a) ; c) zoom de (b) ; d) carte EDS en Ti ; e) carte EDS en Al ; f) carte EDS en N.

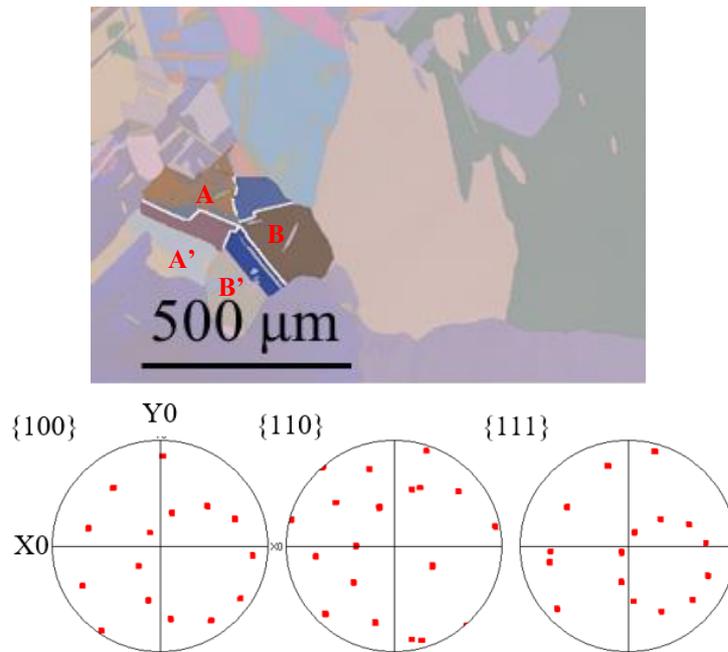
### 2.2.3. Contraintes résiduelles

Pour appréhender d'avantage les conditions d'apparitions des symétries pentagonales, nous avons effectué une cartographie EBSD d'un échantillon à l'état brut d'élaboration et suite au traitement thermique. La **Figure 5-26** représente la cartographie EBSD correspondante. Il n'y a ni macles ni joints de grains maclés dans la microstructure brute de solidification (**Figure 5-26 a**). Nous avons reporté sur la micrographie la zone d'intersections des cordons (ligne rouge sur la figure). Après recuit, on distingue que cette zone d'intersection est recristallisée, avec des macles de recuit à l'intérieur des grains parents et des joints des grains maclés, qui sont actuellement prédominants sur les joints de grain faiblement désorientés issus de la solidification.



**Figure 5-26 :** Cartographie EBSD de l'état brut de solidification du dépôt Laser/Fil : a) Carte d'Euler ; c) distribution angulaire des joints des grains ; e) Cartographie des joints des grains ; Cartographie EBSD du même endroit, mais après traitement thermique : b) Carte d'Euler ; d) Distribution angulaire des joints des grains ; f) Cartographie des joints des grains.

Un axe pentagonal a été trouvé à l'intérieur de la microstructure recuite (**Figure 5-27**). Cet axe est composé d'une zone maclée à l'intérieur du grain A-A', d'une deuxième zone maclée à l'intérieur du grain B-B' et du secteur complémentaire séparant les grains A et B.



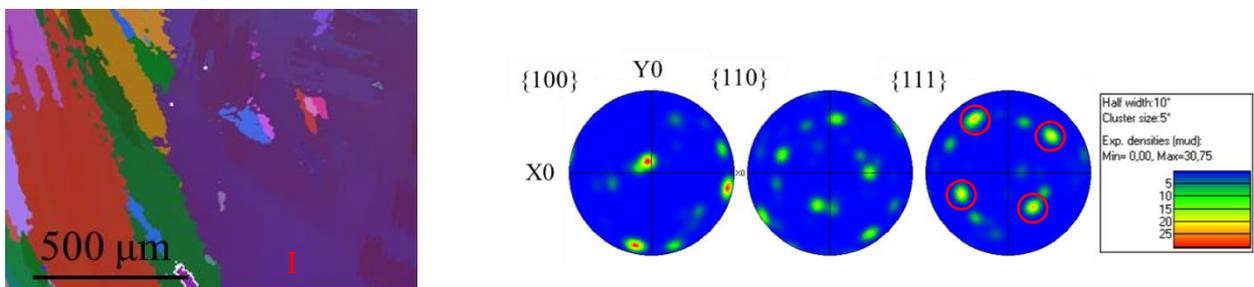
**Figure 5-27 :** Carte EBSD d'un axe pentagonal et figure de pôle respective dans le dépôt Laser/Fil.

Ces cartes EBSD avant et après traitement thermique peuvent ainsi aider à identifier l'influence de la microstructure de solidification initiale sur la microstructure maclée de recuit.

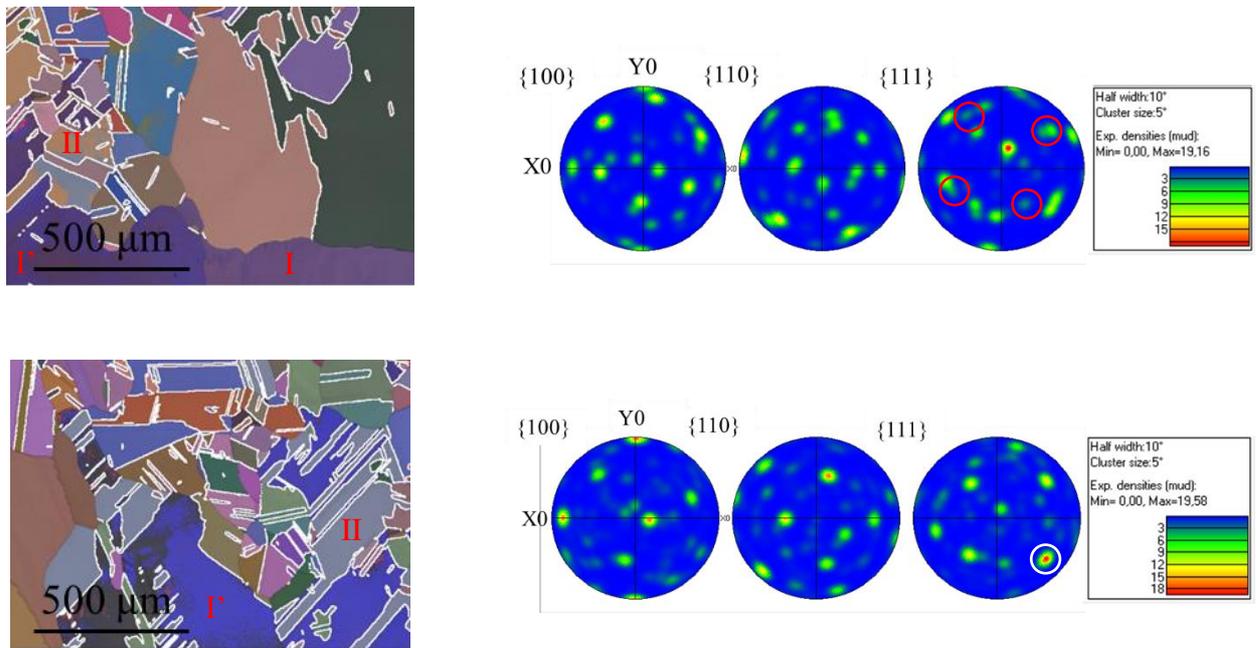
Les figures de pôle avant recuit montrent une forte texture cubique (100) (Multiple of uniform distribution MUD de 30,75) **Figure 5-28 a**. Après traitement, l'intensité de la texture est réduite (MUD de 19,16) et la texture est de type (111), déterminée par les macles de recuit **Figure 5-28 b**. Les grains issus de la structure de solidification ont donné plusieurs orientations de maillage. Nous avons reporté sur la figure de pôle après recuit, l'orientation de la structure de solidification, (cercles rouges sur la figure de pôle initiale et après traitement thermique), une orientation demeure après recuit, avec une intensité beaucoup plus faible majoritairement donnée par le grain nommé I sur l'image (héritage de la structure de solidification) : **Figure 5-28 b**.

Pour augmenter l'information disponible, nous avons également effectué après traitement thermique une cartographie EBSD **Figure 5-28 c**, contiguë de celle de la **Figure 5-28 b**. Nous pouvons remarquer une forte orientation de maillage dans la dernière carte EBSD avec un pôle maclé commun (cercle blanc). Ces orientations maclés sont issues du grain marqué I à l'état brut de solidification et du grain gris noté II dont l'orientation avec la structure de solidification n'est pas immédiate.

a)



b)

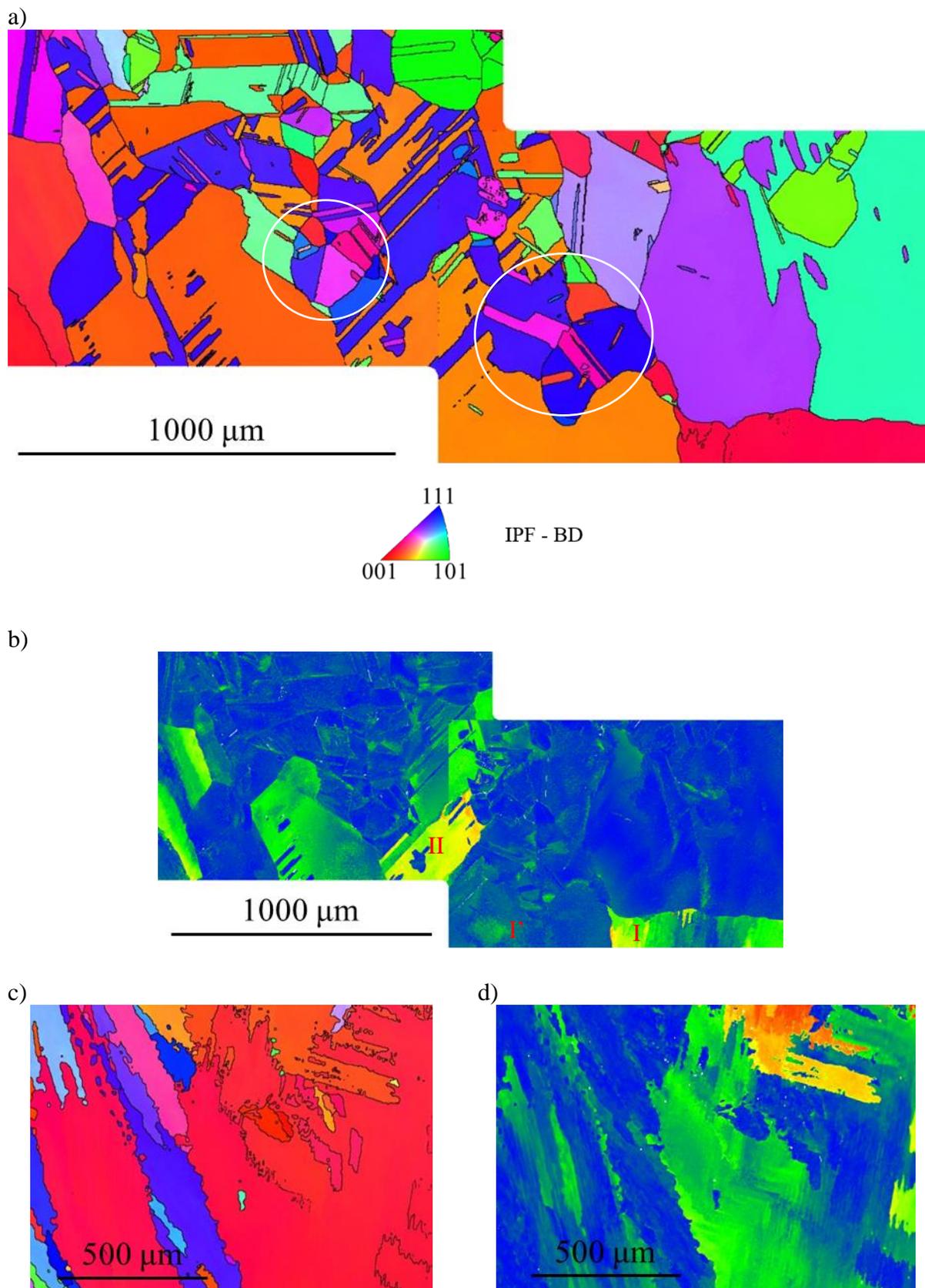


**Figure 5-28 :** a) Cartographie EBSD et sa figure de pole à l'état brut de solidification ; b)-c) Cartographies EBSD voisines de la même zone après le traitement thermique.

Ces deux cartes EBSD après recuit ont été accolées et sont présentées **Figure 5-29 a**. La carte de désorientation angulaire au sein d'un grain (GROD) (**Figure 5-29 b**) nous confirme les traces des grains de solidification, existant dans la microstructure avant le recuit : grains ayant une orientation cubique, nommés précédemment I et I' sur la **Figure 5-28 a**.

D'après la carte GROD brut de solidification (**Figure 5-29 d**) ces gros grains ont une texture forte et contiennent des sous-grains à l'intérieur.

Dans la carte après recuit, nous avons identifié deux nœuds pentagonaux (ellipses blancs) **Figure 5-29 a**, que nous avons pu reporter sur la carte EBSD initiale brute de solidification **Figure 5-29 c** (contours blancs) ce qui va nous permettre d'analyser les possibles relations d'orientations entre les zones pentagonales et la structure initiale.



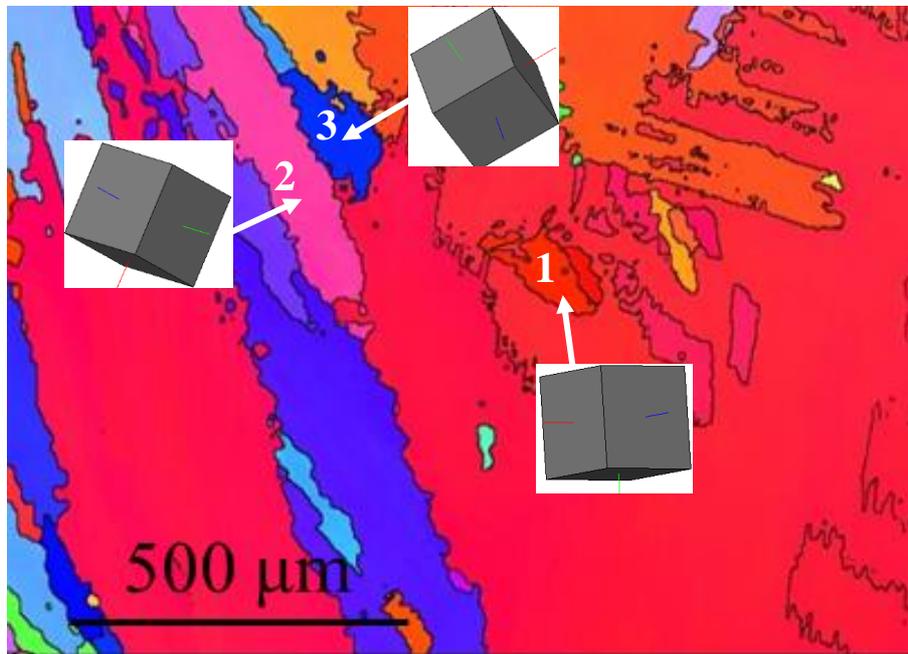
**Figure 5-29 :** a) Carte EBSD en IPF-BD accolée de deux cartes EBSD du dépôt Laser/Fil après le recuit ; b) Carte GROD à l'état recuit ; c) Carte brut de solidification ; d) Carte GROD de l'état brut de solidification.

La carte EBSD en IPF-BD de la structure brut de solidification est donnée ci-dessous sur la **Figure 5-30 a**. Les trois grains colonnaires dendritiques sont choisis avec leurs propres orientations. La deuxième carte EBSD aussi en IPF-BD (**Figure 5-30 b**) présente les trois grains de la structure après le traitement

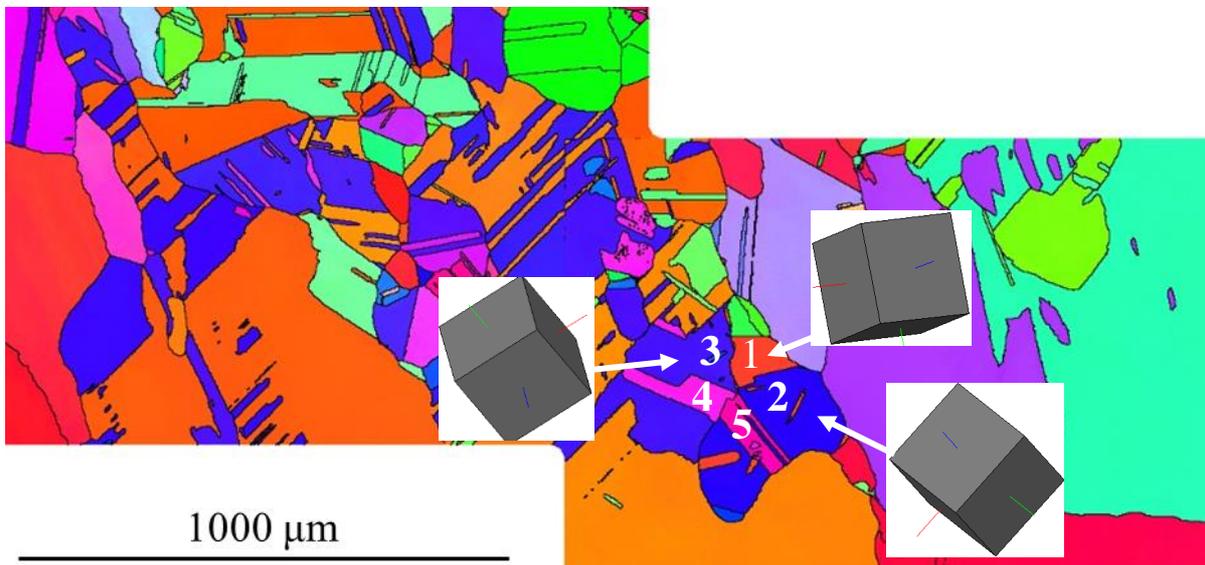
## Chapitre 5. Traitements thermiques

thermique. On remarque que les orientations de ces trois grains sont quasiment équivalentes et confirme que ce sont les mêmes grains, bruts de solidification. La superposition de ces grains est réalisée sur la **Figure 5-30 c** suivante. Cette superposition a été calée à l'aide de la micrographie optique de la microstructure polie avant le traitement thermique. Le grain 1 coïncide parfaitement sur les deux cartes EBSD, par contre les grains 2 et 3 sont éloignés de leur position initiale, ceci pouvant s'expliquer par le polissage de préparation du cliché EBSD après le traitement thermique et l'écart de positionnement sur la platine.

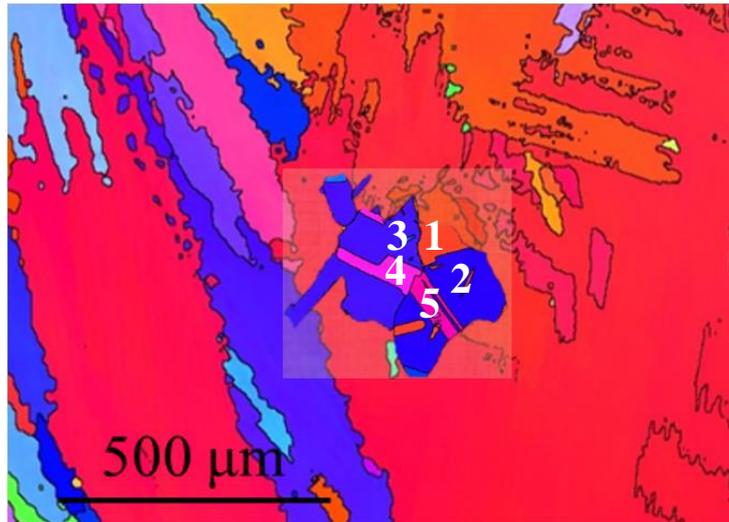
a)



b)



c)



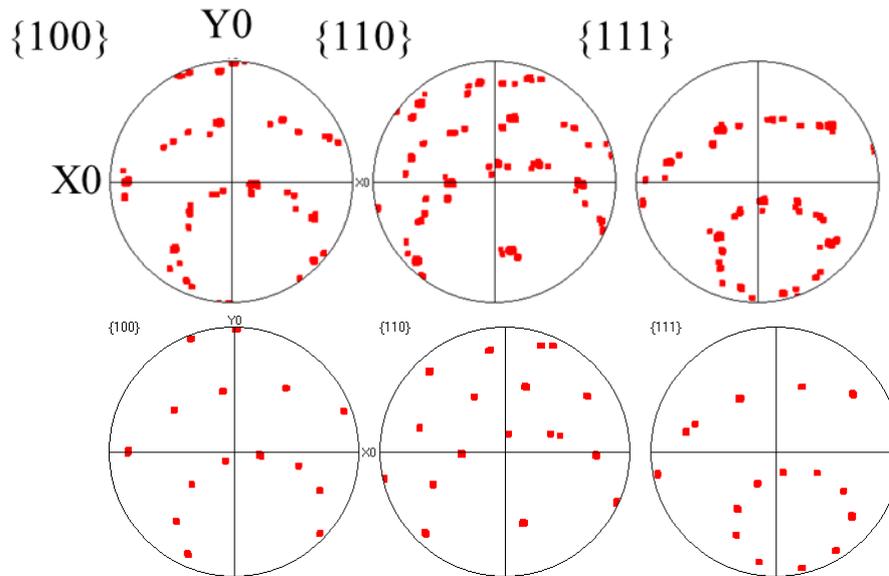
**Figure 5-30 :** a) Carte EBSD brut de solidification avec l'orientation des grains ; b) Carte EBSD en mergée de deux cartes EBSD avec l'orientation des grains ; c) Superposition d'axe pentagonal sur la carte EBSD brut de solidification.

Ces trois grains constituent un axe pentagonal. Ils ont un axe  $\langle 110 \rangle$  commun. Comme cela a été déjà souligné sur la **Figure 5-28**, les grains 2 et 3 sont séparés par les macles de recuit formant les nouveaux grains 4 et 5. Ils complètent cet axe pentagonal. Les mêmes relations d'orientation ont été trouvées pour le deuxième axe pentagonale avec la structure brute de solidification. Cela confirme que les trois orientations de l'axe pentagonal sont préexistantes dans la structure brute de solidification, les deux orientations nécessaires se forment lors du maillage avec ces grains bruts de solidification pendant le traitement thermique.

Les autres orientations pourraient être obtenues, en formant des partiels de Shockley au niveau du nœud par le joint des grain mobile, comme démontré dans la littérature [6,7].

La sélection de différents systèmes de plans maclés peut donner des orientations, alignées suivant l'axe  $\langle 110 \rangle$ , formant de nouveaux nœuds pentagonaux. Par exemple, **Figure 5-31**, si on choisit un grain bleu brut de solidification et qu'on choisit une direction  $\langle 110 \rangle$  particulière, nous pouvons trouver un autre axe pentagonal, comme indiqué ci-dessous par une ellipse rouge.





**Figure 5-31 :** Orientation de grain parent suivant une direction particulière permettant de trouver un autre axe pentagonal dans le dépôt Laser/Fil.

Les trois orientations maclées de l'axe pentagonal sont préexistantes dans la structure brute de solidification, les deux orientations nécessaires pour avoir un axe pentagonal se forment lors du maillage avec ces grains bruts de solidification pendant le traitement thermique.

Le grain colonnaire brut de solidification forme des macles de recuit lors du traitement thermique avec les joints des grains mobiles et la formation des macles de recuit. La force motrice semble liée à l'existence de contraintes résiduelles élevées à l'état brut de solidification. Pour diminuer l'énergie totale, les interfaces mobiles commencent à produire de nouveaux grains, des macles et des joints de grains maclés, en conservant l'orientation du grain parent et de nouvelles orientations commencent à apparaître.

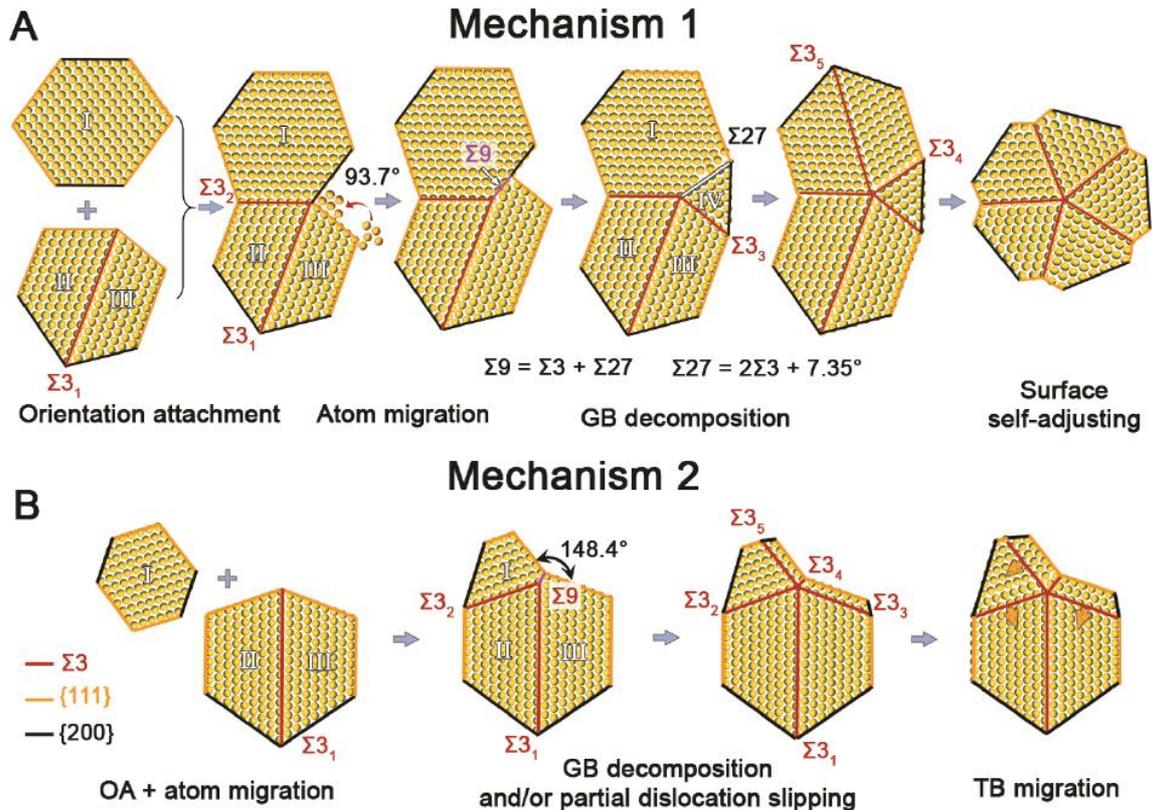
### 2.3.Mécanisme de croissance des zones pentagonales

L'existence de la symétrie pentagonale a été prouvé plusieurs fois dans les nanomatériaux [6–11], notamment dans le cas de nanoparticules [21]. Le mécanisme expliquant la formation des axes pentagonaux par l'émission séquentielle de dislocations partielles à partir des joints des macles a été donné [33]. En outre, les auteurs décrivent la formation de l'axe pentagonal comme une séquence, commençant par la formation de nœuds triples, qui pourraient être transformée ensuite en nœuds quadruples et, enfin, en nœuds pentagonaux. Les auteurs ont souligné qu'un passage par des nœuds triples et quadruples a une énergie plus élevée et une incompatibilité de contrainte au niveau du nœud et donne une force motrice supplémentaire pour l'émission de dislocations partielles, de sorte que la probabilité de ce phénomène devrait être élevée et significative. Les conditions essentielles à la formation d'un nœud pentagonal sont une contrainte de cisaillement externe élevée, ainsi que la variation de l'orientation de la contrainte [6]. Cette dernière est nécessaire pour activer la formation de différentes dislocations partielles.

Les deux mécanismes ont été vus sur les nanoparticules d'or et du platine dans le travail [21] est sont repris sur la **Figure 5-32**. Les deux petits grains de la **Figure 5-32**, montrant une relation de maillage avec les grains, formant un macle pentagonal, ont déjà été considérés comme un mécanisme possible d'auto-ajustement afin de compenser l'énergie totale. Cela tend à confirmer le deuxième mécanisme de formation de quintuples jumeaux présenté dans ce travail avec le mécanisme de scission de la limite  $\Sigma 9$  CSL, le glissement partiel des dislocations et la poursuite de la migration des joints des macles. Un autre axe pentagonal, illustré sur la **Figure 5-28**, montre que les macles pourraient se former par une émission

de partielles au niveau des joints de macles, composant le nœud pentagonal et se propageant ultérieurement pour terminer la compensation.

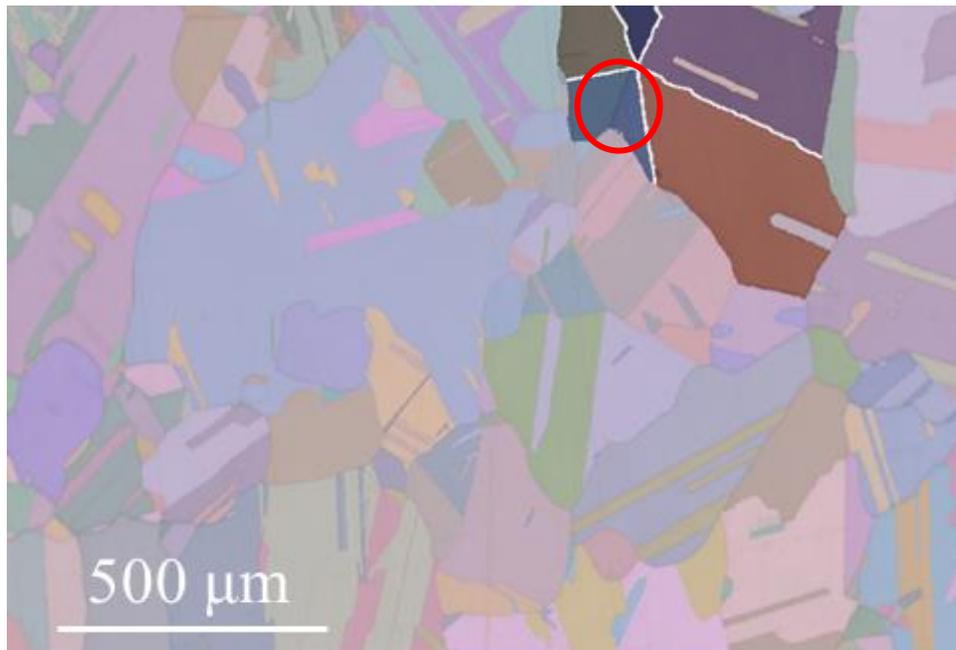
Prenant en compte l'énergie des différents types de joints de grain CSL :  $E_{GB}$  de  $\Sigma 3 \approx 17,5 \text{ mJm}^{-2}$ ,  $E_{GB}$  de  $\Sigma 9 \approx 542 \text{ mJm}^{-2}$ ,  $E_{GB}$  de  $\Sigma 27 \approx 560 \text{ mJm}^{-2}$ . La configuration pentagonale a l'énergie des joints de grain la plus basse ( $5 \times \Sigma 3$ ), mais elle doit dépasser une barrière énergétique pour cette formation.



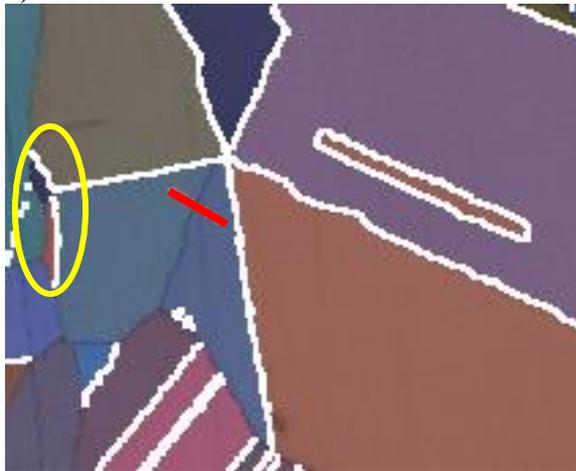
**Figure 5-32 :** Mécanismes de formation de la symétrie pentagonale, identifiés sur les nanoparticules dans le travail [21].

Nous avons étudié de façon plus précise une des configurations pentagonales la **Figure 5-33 a** montrant un grain ayant un sous-joint qui semble partir du centre du macle pentagonal (ellipse rouge dans la **Figure 5-33 a**). Une relaxation par disclination a été trouvée avec un degré parfait de  $7,5^\circ$  pour compenser la différence (**Figure 5-33 c, d**). En outre, la **Figure 5-33 c** montre qu'il existe deux petits grains (ellipse jaune) qui n'ont pas été pris par l'expansion des macles cohérents à partir du nœud pentagonal. Ils possèdent la même orientation que les autres grains, formant le macle pentagonal. Cela se rapproche du cas de la **Figure 5-28**, où les deux joints de macles  $\Sigma 3$  n'ont pas eu le temps de se déplacer plus loin du nœud pentagonal.

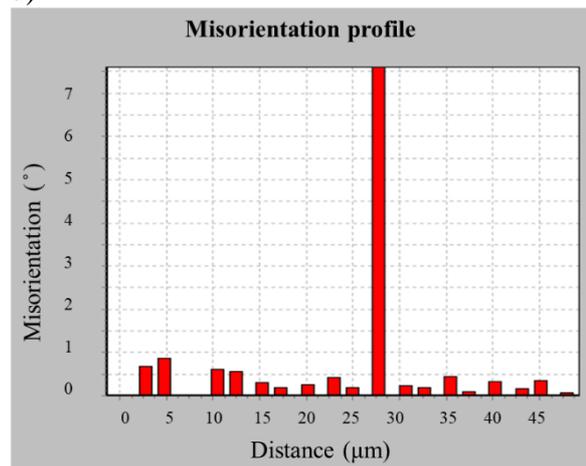
a)



c)



d)

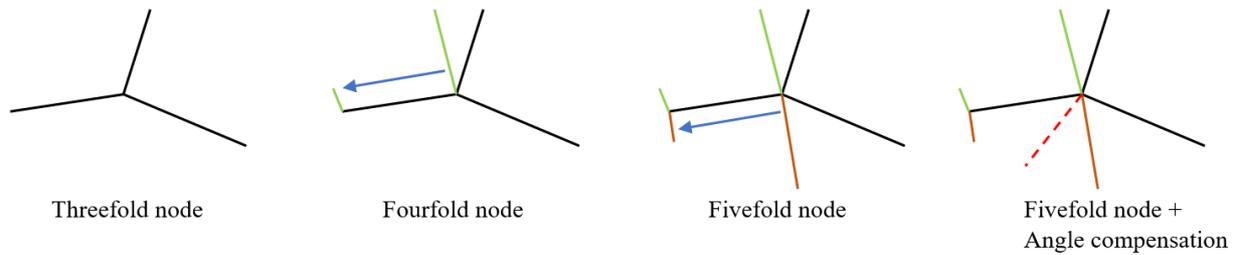


**Figure 5-33 :** a) et b) Cartographie EBSD d'Euler d'un axe pentagonal avec le sous-joint remarqué ; c) Zoom sur le premier axe ; d) Profil de désorientation à travers la ligne rouge.

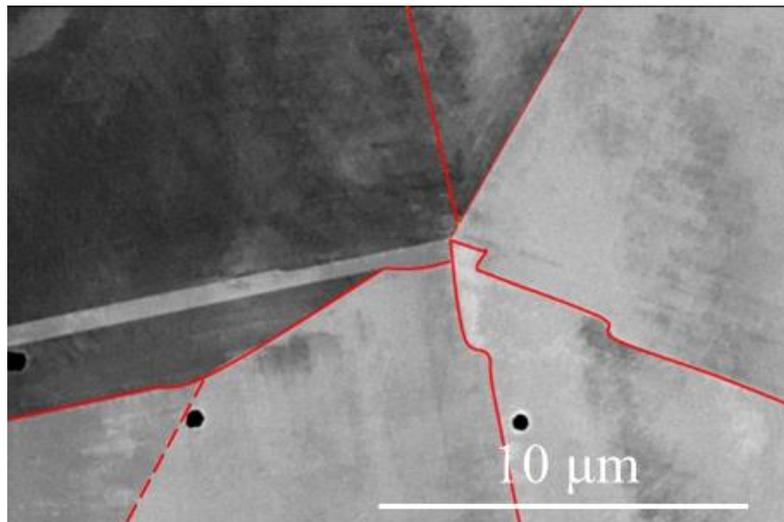
Aucun précipité n'a été trouvé à l'endroit de cet axe pentagonal dans le MEB et l'EDS, comme le montre la **Figure 5-34**. Le sous-joint en pointillé rouge ne sort pas directement du nœud pentagonal, il y a encore une distance de 10 μm entre les deux. Mais il pourrait s'agir d'un simple manque d'information due à la section en 2D.

On peut à la lueur des mécanismes proposés interpréter ainsi la croissance de cette zone pentagonale : au départ une macule triple a pu se transformer en quadruple et, finalement, en pentagonale par l'émission de dislocations partielles au niveau du nœud comme l'indique le mécanisme proposé par les auteurs [7] concernant l'étude de nanoparticules.

a)



b)



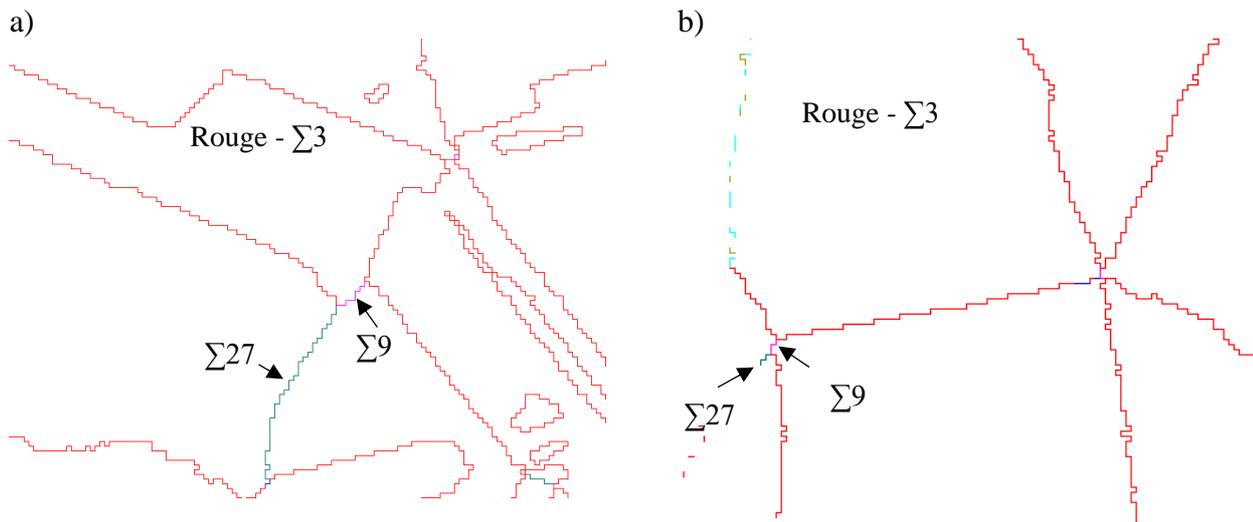
**Figure 5-34 :** a) Mécanisme proposé de l'apparition de la symétrie pentagonale dans le dépôt Laser/Fil pendant le traitement thermique de recuit ; b) Zoom sur l'axe pentagonal de la [Figure 5-33](#).

On remarque l'existence de marches sur les joints des macles dans les plans de type (111), qui est le signe possible de contraintes autour de cet axe avec présence de dislocations partielles de Schokley, qui peuvent compenser la différence géométrique entre le réseau CFC parfait et les macles pentagonales. Une macle non-cohérent sort du nœud pentagonal, mais s'arrête un peu plus loin sur le précipité de type inclusion.

Le premier mécanisme de la [Figure 5-32](#) (mécanisme 1) avec la scission du joint de macle  $\Sigma 27$  CSL par oscillation et formation d'un macle à contrainte nulle (ZST) pourrait être possible en raison de la présence de nombreux défauts d'empilement à l'intérieur du macle pentagonal, comme nous pouvons le voir par les marches multiples sur le joint de macle ([Figure 5-22 b](#)), et il existe également le joint de macle  $\Sigma 27$  CSL au bord du macle pentagonal, mais il n'y a pas de ZST, parce que la compensation se fait par la formation d'un sous-joint de  $7,5^\circ$  (une disclinaison).

Un autre point c'est que, pour compenser cet angle entre les joints de macle et l'angle entre les joints de macle dans un réseau CFC parfait, il existe plusieurs mécanismes : l'accommodation élastique (formation des marches sur les joints de macle) ou la formation de sous-joints. C'est ce dernier mécanisme que nous avons pu observer sur les figures précédentes. Certaines images MEB montrent des marches sur les joints de macle même s'il y a un sous-joint de type disclinaison.

La [Figure 5-35](#) représente la cartographie EBSD, montrant les joints de macles CSL de la [Figure 5-28](#) et de la [Figure 5-33](#). Dans les deux cas on éobserve la même configuration des joints de macles dans l'extrémité des macles pentagonales avec les macles  $\Sigma 9$  et  $\Sigma 27$ , qui confirme le même mécanisme dans les deux cas.



**Figure 5-35 :** Cartographie EBSD, montrant les joints de macles CSL : a) Axe pentagonal de la **Figure 5-28** ; b) Axe pentagonal de la **Figure 5-33**.

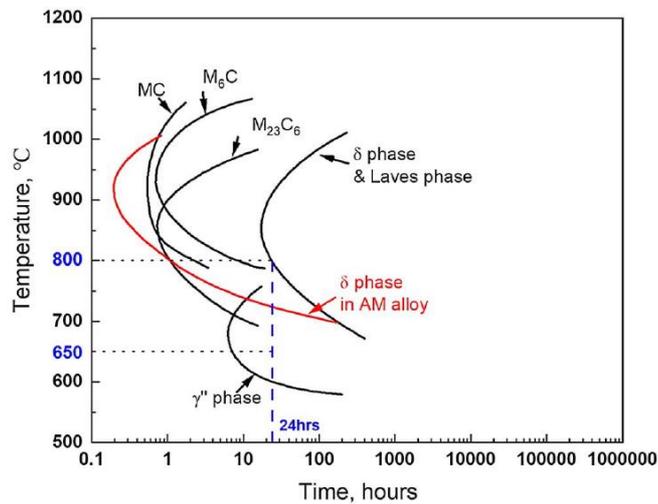
### 2.4. Synthèse sur la symétrie pentagonale

Le mécanisme proposé pour la formation des axes pentagonaux en raison des contraintes de cisaillement locales au niveau du nœud pourrait être appliqué, en raison des contraintes résiduelles élevées de l'In625 déposé par le procédé Laser/Fil. Comme il a été dit précédemment, les macles pentagonaux pourraient être la forme la plus stable de la structure des grains [6,9]. De plus, la microstructure confirme que le macle pentagonal était initialement un triple nœud, qui est devenu un quadruple et, finalement, un pentagonal par l'émission de dislocations partielles au niveau des joints de macles. Ce mécanisme est en accord avec la littérature [6,7] pour les nanomatériaux.

La structure de solidification initiale, formée dans le procédé Laser/Fil, possède le niveau des contraintes résiduelles élevées. Pendant le traitement thermique de recuit la relaxation des contraintes a eu lieu par la mobilité des joints des grains, formant les nouveaux grains recristallisés par les mécanismes SIBM, PSN et macles de recuit. Ces mécanismes sont typiques pour l'alliage In625. Cela conduit aussi à l'apparition des axes pentagonaux, par le mécanisme de la germination et la croissance, décrites précédemment. Les symétries pentagonales provenaient de la succession de maclage de grains à l'état brut de solidification.

### 3. Traitement thermique de vieillissement

Le traitement de vieillissement a été appliqué sur les dépôts Laser/Fil et Laser/Poudre et la jonction Hybride (Fil/Poudre) suite à un traitement de remise en solution de 30' à 1100°C. La température de 650°C de traitement de vieillissement a été choisi (température du nez de transformation du diagramme TTT de  $\gamma''$  **Figure 5-36**).

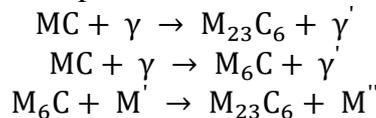


**Figure 5-36 :** Diagramme TTT de l'alliage In625.

### 3.1 Microstructure après 60h de vieillissement

**Laser/Fil :** les précipités interdendritiques types carbures ont été dissous dans la matrice pendant la remise en solution, néanmoins les traces de la microségrégation, sont toujours présentes **Figure 5-37 a, c.**

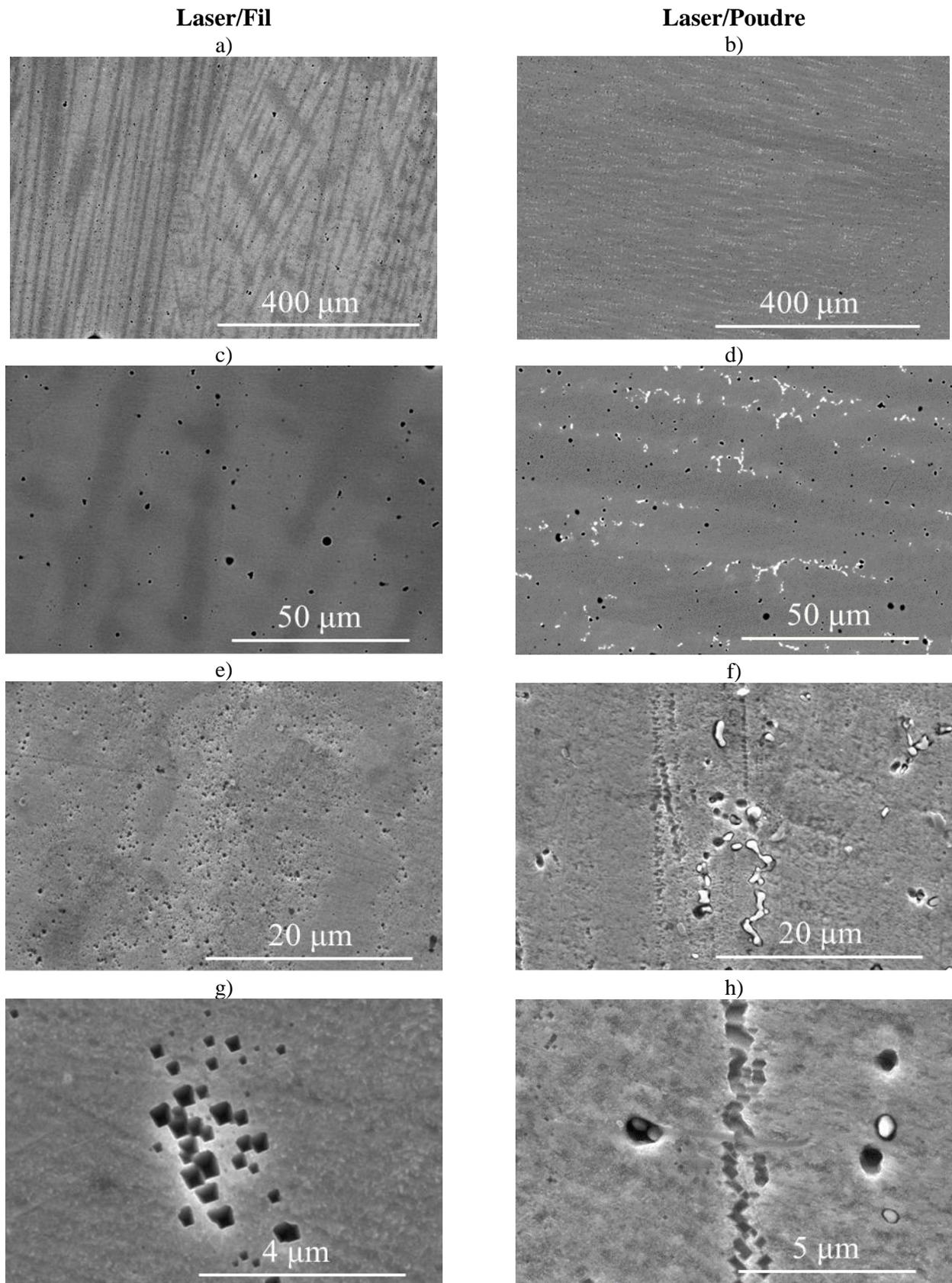
Dans les joints de grains dendritiques et dans les zones de transition dendrite – espace interdendritique on observe l'apparition de précipités de forme cuboïdes (en contraste noir) **Figure 5-37 e, g.** Ils forment des chaînes et ne sont pas distribués de façon homogène dans la matrice. La littérature existante les décrits comme les carbures MC (riches en Nb) ou  $M_6C$  (riches en Mo), ayant la forme des cuboïdes. Les carbures de type  $M_{23}C_6$  (riches en Cr) peuvent exister aussi avec le TT, mais ils ont plutôt une forme des lamelles [24]. La réactions suivantes sont possibles pendant le TT [24,25] :



Les cuboïdes pourraient être aussi de la phase  $\gamma'$ , mais cette phase est très rarement observée dans l'alliage 625, vu sa finesse, mais des petites quantités sont possibles. Une analyse MET serait nécessaire pour identifier précisément la composition et la structure cristalline de ces phases. Dans la matrice  $\gamma$  des inclusions de type alumine et carbonitrures de titane sont également présents ainsi que des précipités fins de la phase  $\gamma''$ .

**Laser/Poudre :** - les précipités interdendritiques de type carbures, stables après la remise en solution sont toujours présents réduisant le potentiel de durcissement par précipitation des phases fines et ordonnées de type  $\gamma''$  **Figure 5-37 b, d.**

On observe également des précipités de types cuboïdes similaire a Laser/Fil, mais répartis cette fois sous formes de chaînes continues avec des variations morphologiques « cuboïdes – sphère » **Figure 5-37 f, h.** Également dans la matrice  $\gamma$  on retrouve les inclusions type alumine et carbonitrures de titane et des précipités fins de phase  $\gamma''$ .



**Figure 5-37 :** Réponse de la structure colonnaire au traitement thermique de vieillissement pendant 60h des dépôts : a, c, e, g) Laser/Fil ; b, d, f, h) Laser/Poudre.

### 3.2 Microstructure après 408h de vieillissement

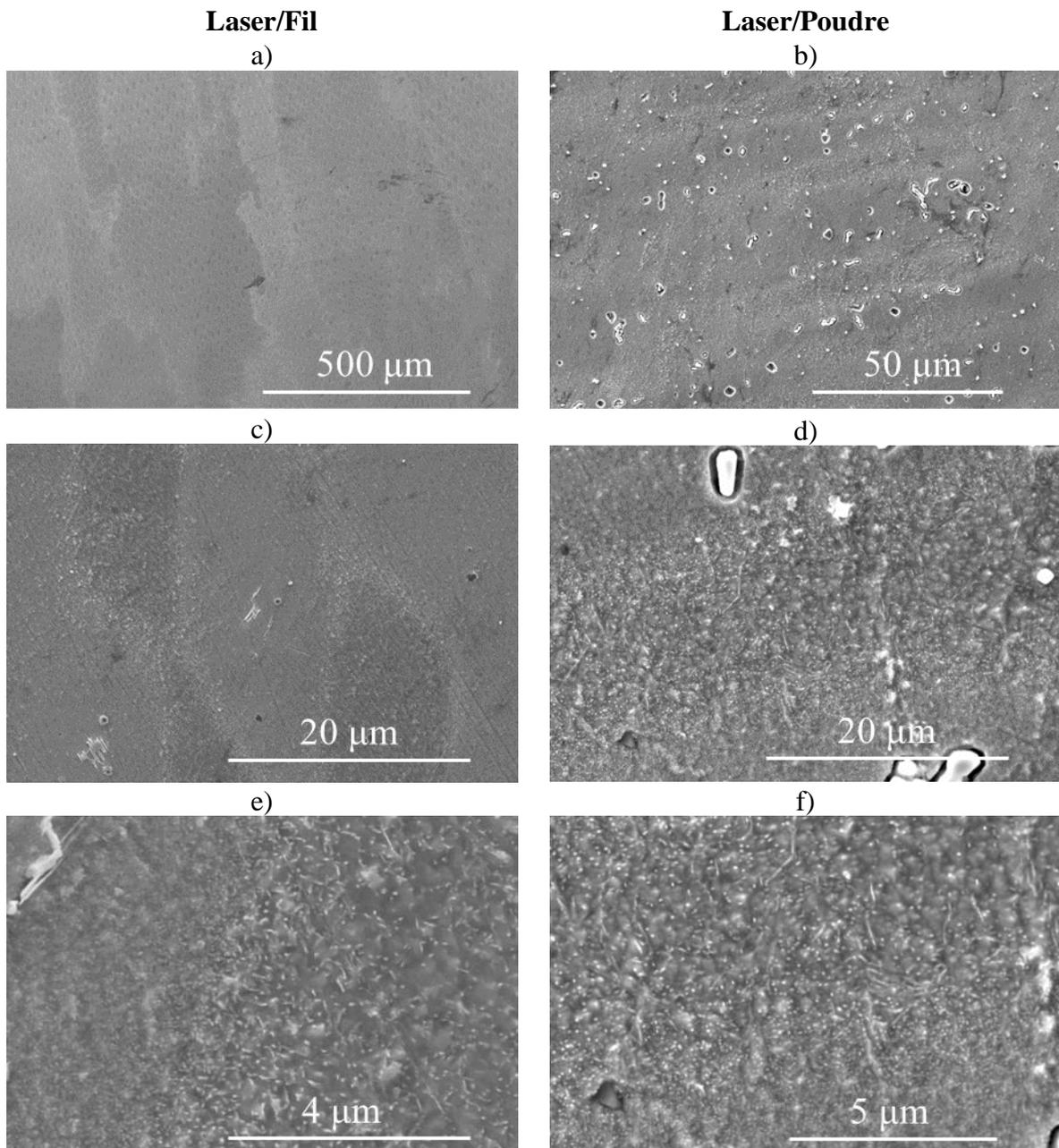
Après 408h du même traitement, la microstructure des dépôts a continué d'évoluer (**Figure 5-38**).

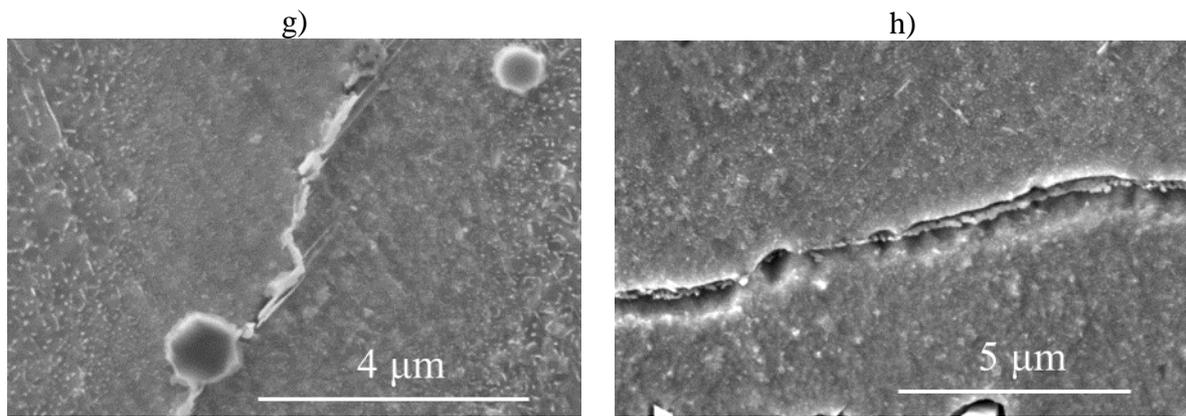
## Chapitre 5. Traitements thermiques

**Laser/Fil** : l'hétérogénéité de la microstructure de l'état brut de solidification demeure et des précipités interdendritiques de la taille de quelques microns peuvent être trouvés localement. On les retrouve sous forme de lamelles de phase  $\delta$ . Des lamelles de la phase  $\delta$  sont également aux joints de grains au voisinage des carbures  $M_{23}C_6$  **Figure 5-38 c, e, g**.

Les inclusions d'alumine et des carbonitrides, avec une structure cœur/coque ou non sont également présents **Figure 5-38 c**. On observe aussi un gradient de précipitation, montré sur la **Figure 5-38 e** : des plaquettes très fines de la phase  $\gamma''$  dans l'espace interdendritique ou près de joints des grains qui augmentent leur taille et deviennent lamellaires dans les cœurs des dendrites. La densité des précipités de la phase  $\gamma''$  est très élevée et leur taille très petite dans les espaces interdendritiques à l'inverse des cœurs des dendrites.

**Laser/Poudre** : les précipités interdendritiques de type carbures, demeurent stables **Figure 5-38 b, d**. Un faible gradient de précipités de phase  $\gamma''$  est observé **Figure 5-38 d, f**. La phase  $\delta$  est beaucoup moins présente et les précipitations principales aux joints des grains sont des carbures, sans aiguilles ou lamelles de phase  $\delta$  **Figure 5-38 h**.





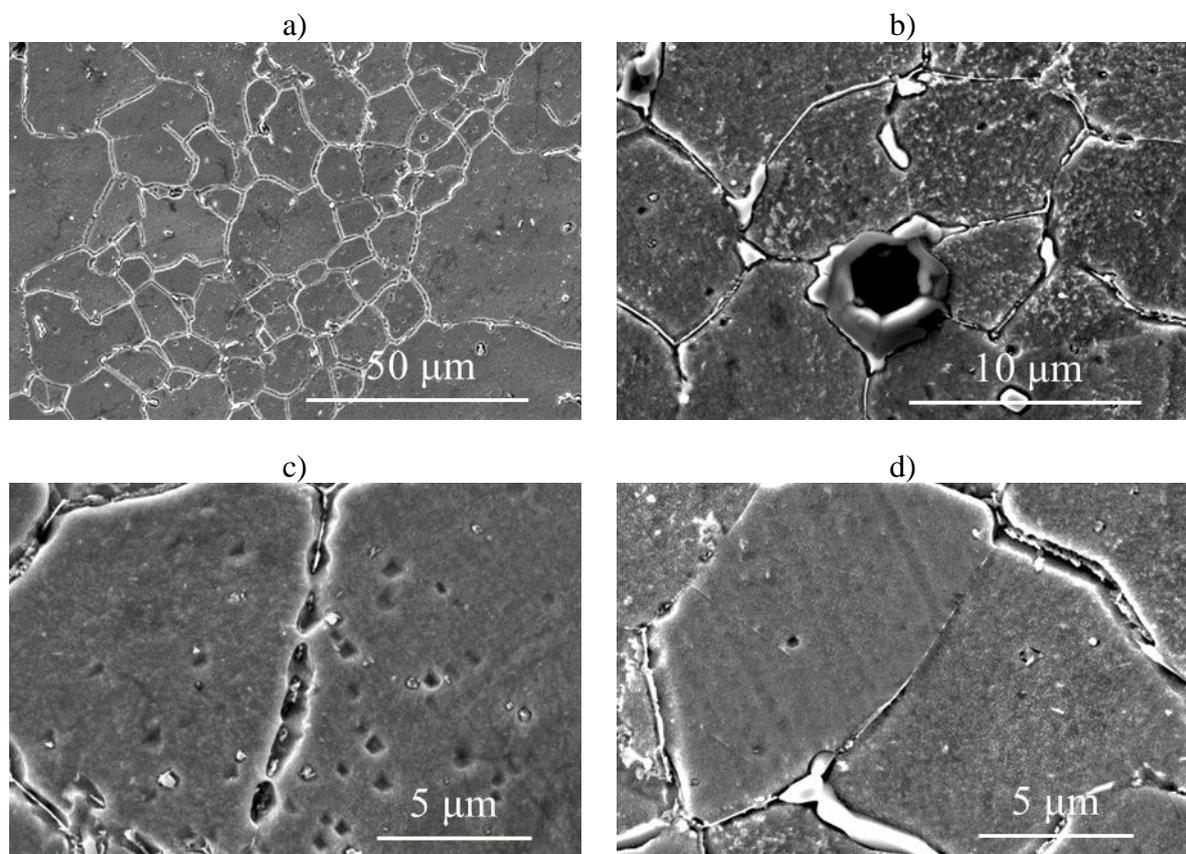
**Figure 5-38 :** Réponse de la structure colonnaire au traitement thermique de vieillissement pendant 408h des dépôts : a, c, e, g) Laser/Fil ; b, d, f, h) Laser/Poudre.

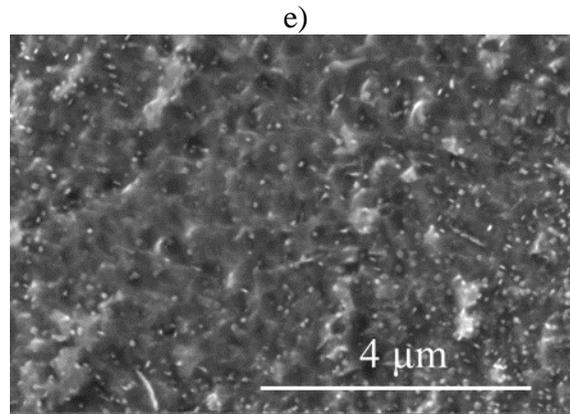
La réponse au traitement thermique de la jonction hybride est présentée dans l'**Annexe 3**.

#### 4. Réponse au traitement thermique de la zone équiaxe Laser/Poudre

Dans cette zone l'intérieur des grains est beaucoup plus homogène en terme de morphologie et taille des précipités **Figure 5-39 a, b** et l'on n'observe pas de gradient de précipitation **Figure 5-39 e** contrairement à la zone colonnaire, mais la microségrégation intergranulaire conduit à la précipitation de carbures et de phase  $\delta$ , qui précipitent également dans les joints maclés **Figure 5-39 c, d**. En intragranulaire des cuboïdes, identiques à ceux décrits précédemment sont observés mais sans former de chaînes continues **Figure 5-39 c**.

#### Laser/Poudre



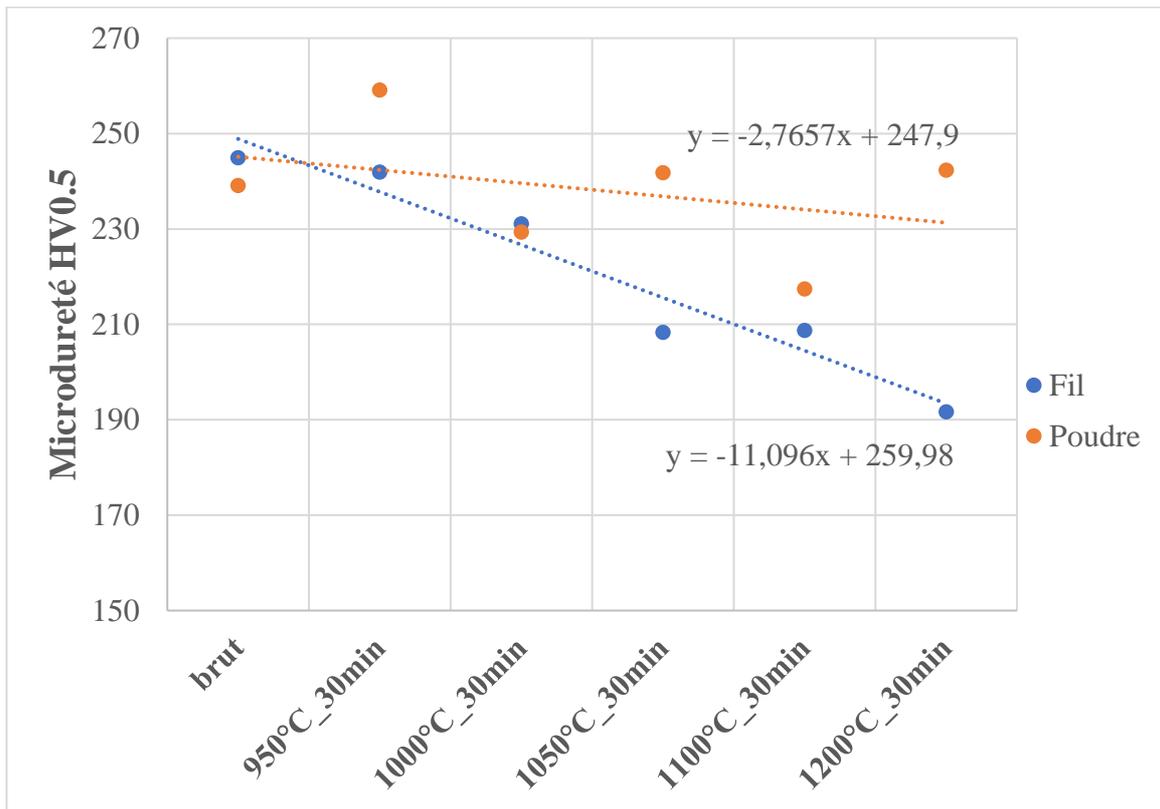


**Figure 5-39 :** Réponse de la structure équiaxe au traitement thermique de vieillissement pendant 408h du dépôt Laser/Poudre : a) vue globale ; b) zoom sur la précipité ; c) les carbures existant à l'intérieur des grains équiaxes ; d) zoom sur la phase  $\delta$  intergranulaire ; e) précipités de la phase  $\gamma''$  à l'intérieur d'un grain équiaxe.

### 5. Evolution des Propriétés mécaniques au cours du traitement de mise en solution et vieillissement

#### 5.1 Réponse à la remise en solution en terme de microdurété

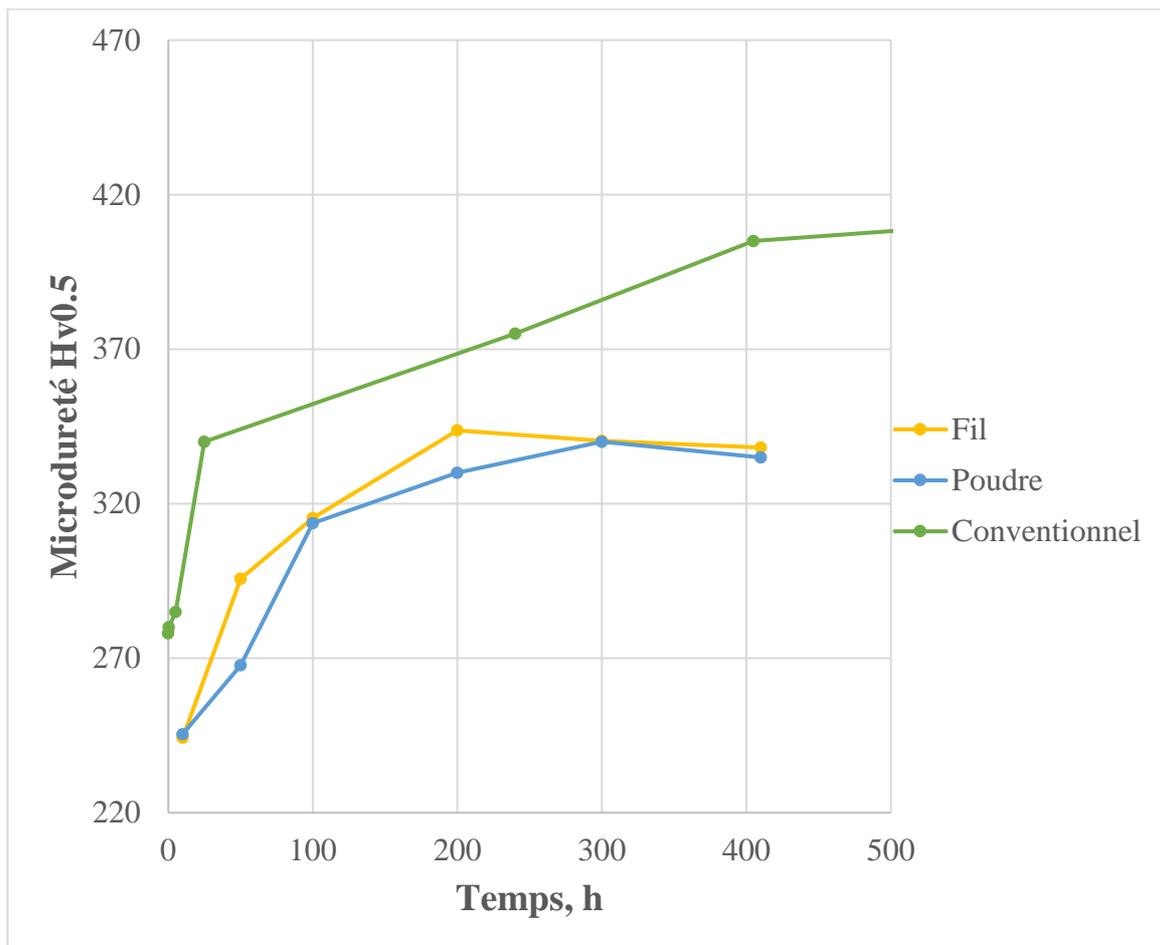
On constate une diminution des valeurs de microdurété avec la température de traitement thermique **Figure 5-40**. Cette tendance est plus marquée dans le cas de dépôt Laser/Fil que pour le dépôt Laser/Poudre. Cela s'explique par la dissolution des précipités interdendritiques et la remise en solution des éléments d'alliage. La présence des macles suite à la croissance normale des grains dans le cas de dépôt Laser/Fil n'a pas d'influence sur les valeurs de la microdurété. La dissolution incomplète des carbures au sein de dépôt Laser/Poudre explique la diminution moins prononcée. Dans tous les cas le traitement de remise en solution à 1100°C semble raisonnable avec la dissolution des précipités interdendritiques maximum possible, l'absence de croissance anormale des grains et le minimum de microdurété.



**Figure 5-40 :** Evolution de la microdureté lors du traitement thermique de mise en solution pour les dépôts Laser/Fil et Laser/Poudre.

La **Figure 5-41** reprend l'évolution de la dureté mesurée au cours du vieillissement du mur poudre et fil comparée avec la réponse au vieillissement de l'alliage 625 conventionnel [26], qui a eu le même traitement thermique de 650°C. On observe que la microdureté de l'alliage conventionnel est plus élevée d'environ 20% que celle de tous les dépôts, issus de la fabrication additive quel que soit le temps de vieillissement. On peut supposer que la différence vienne en partie d'une composition chimique légèrement différente, mais aussi d'une remise en solution plus grande pour le conventionnel. Le matériau conventionnel montre lui un pic de durcissement vers 1000h à 650°C.

Après 50h on constate une dureté plus importante du fil que de la poudre, en lien avec la différence de structure précédemment mentionnée. La dureté dans les deux situations augmente pendant les 200 premières heures pour se stabiliser ensuite autour de valeurs de 340 Hv.



**Figure 5-41 :** Comparaison de la réponse au traitement thermique de vieillissement de l'ensemble des matériaux étudiés.

### 6. Conclusion

Une conclusion importante peut être élaborée : le traitement thermique avec la remise en solution suivi du vieillissement fait effacer la différence du procédé en terme de microstructure. Les mêmes résultats non détaillés ici sont observés pour la transition hybride. Le traitement de vieillissement permet de gagner en microdureté, mais se situe plus bas que l'In625 conventionnel.

Le traitement thermique de remise en solution permet d'effacer les traces de microségrégation, issus de la solidification, mais au vieillissement il y a toujours un gradient de précipitation qui existe. La phase  $\delta$ , néfaste pour les propriétés mécanique a un pic de précipitation en mise en solution et au vieillissement elle précipite dans les joints des grains ou dans les plans de macles.

La zone colonnaire est stable pour le traitement thermique de 1200 °C 30' pour les procédés Laser/Poudre et Arc/Fil, ce n'est pas le cas pour le procédé Laser/Fil, qui est entièrement recristallisé après cet traitement thermique. Cela peut être le signe de contraintes résiduelles plus élevées pour ce procédé. Les deux autres sont des dépôts mixtes : équiaxes/colonnaires, c'est possible que les zones équiaxes font accommoder une partie des contraintes résiduelles. Les zones équiaxes commencent à recristalliser les premières avec les mêmes mécanismes, elles sont moins stables et se situent plus hors équilibre que les zones colonnaires. Le procédé Laser/Poudre contient toujours des précipités et nécessite le long traitement pour les remettre en solution. Cela peut être associé à la vitesse de solidification plus élevée qui peut augmenter la ségrégation.

Le mécanisme de recristallisation peu connu, consistant en formation des macles pentagonaux a été démontré dans ce chapitre. La formation de ces macles peut être le signe de contraintes résiduelles

## Chapitre 5. Traitements thermiques

élevées. La densité plus élevée de ces axes pentagonaux dans l'In625 conventionnel confirme l'origine mécanique et thermique de ces macles.

L'ingénierie des joints des grains permet d'augmenter le nombre de joints de grains, de réduire la taille des grains et surtout de produire des macles, qui ont la résistance mécanique plus élevée, car plus « propres » que les joints des grains normaux. Le dépôt Laser/Fil après traitement thermique de recristallisation donne la microstructure possédant le nombre maximale des macles par grain, au demeurant est plus faible que pour le matériaux conventionnel. La prévalence des joints maclés sur les joints des grains classiques peut être intéressante. Cela permet aussi de réduire l'anisotropie de la texture brute de solidification. Mais la question de l'influence de cette microstructure sur les propriétés mécaniques est toujours ouverte.

### 7. Références

- [1] Hu Y, Lin X, Li Y, Zhang S, Zhang Q, Chen W, Li W and Huang W 2021 Influence of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 fabricated by directed energy deposition *Materials Science and Engineering: A* **817** 141309
- [2] DuPont J N, Lippold J C and Kiser S D 2009 *Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys* (Hoboken, N.J: John Wiley & Sons)
- [3] Son K, Kassner M E and Lee K A 2020 The Creep Behavior of Additively Manufactured Inconel 625 *Adv. Eng. Mater.* **22** 1900543
- [4] Lindwall G, Campbell C E, Lass E A, Zhang F, Stoudt M R, Allen A J and Levine L E 2019 Simulation of TTT Curves for Additively Manufactured Inconel 625 *Metall and Mat Trans A* **50** 457–67
- [5] Després A, Mayer C, Veron M, Rauch E F, Bugnet M, Blandin J-J, Renou G, Tassin C, Donnadiou P and Martin G 2021 On the variety and formation sequence of second-phase particles in nickel-based superalloys fabricated by laser powder bed fusion *Materialia* **15** 101037
- [6] Cazic I *Coaxial laser wire additive manufacturing of Inconel 718* (PhD Thesis Université de Lorraine France)
- [7] Wang H M, Zhang J H, Tang Y J, Hu Z Q, Yukawa N, Morinaga M and Murata Y 1992 Rapidly solidified MC carbide morphologies of a laser-glazed single-crystal nickel-base superalloy *Materials Science and Engineering: A* **156** 109–16
- [8] Cheng H and Hon M 1996 Texture formation in titanium nitride films prepared by chemical vapor deposition *Journal of Applied Physics* **79** 8047–53
- [9] Han L, Jeurgens L P H, Cancellieri C, Wang J, Xu Y, Huang Y, Liu Y and Wang Z 2020 Anomalous texture development induced by grain yielding anisotropy in Ni and Ni-Mo alloys *Acta Materialia* **200** 857–68
- [10] Rappaz M, Jarry Ph, Kurtuldu G and Zollinger J 2020 Solidification of Metallic Alloys: Does the Structure of the Liquid Matter? *Metall Mater Trans A* **51** 2651–64
- [11] Jin H-H, Shim J-H, Cho Y W and Lee H-C 2003 Formation of Intragranular Acicular Ferrite Grains in a Ti-containing Low Carbon Steel *ISIJ International* **43** 1111–3
- [12] Sarma D S, Karasev A V and Joumlnsson P G 2009 On the Role of Non-metallic Inclusions in the Nucleation of Acicular Ferrite in Steels *ISIJ International* **49** 1063–74

## Chapitre 5. Traitements thermiques

- [13] Bramfitt B L 1970 The effect of carbide and nitride additions on the heterogeneous nucleation behavior of liquid iron *MT* **1** 1987–95
- [14] Inada T 1999 *TiN inclusion formation during the solidification of stainless steel* PhD Thesis (Massachusetts Institute of Technology)
- [15] Nie J, Wu Y, Li P, Li H and Liu X 2012 Morphological evolution of TiC from octahedron to cube induced by elemental nickel *CrystEngComm* **14** 2213
- [16] Wang J, Wang L, Li J, Chen C, Yang S and Li X 2022 Effects of aluminum and titanium additions on the formation of nonmetallic inclusions in nickel-based superalloys *Journal of Alloys and Compounds* **906** 164281
- [17] Tinoco, J and Fredriksson, H 2004 Solidification of a Modified Inconel 625 Alloy under Different Cooling Rates *High Temperature Materials and Processes* **23** 13–24
- [18] Wang T, Lae E and Mitchell A 2001 Nitride particles and grain nucleation in superalloy SX castings *2001 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting* pp 280–7
- [19] Zhang Z, Huang S, Chen L, Zhu Z and Guo D 2017 Formation mechanism of fivefold deformation twins in a face-centered cubic alloy *Sci Rep* **7** 45405
- [20] Zhu Y T, Liao X Z and Valiev R Z 2005 Formation mechanism of fivefold deformation twins in nanocrystalline face-centered-cubic metals *Appl. Phys. Lett.* **86** 103112
- [21] Song M, Zhou G, Lu N, Lee J, Nakouzi E, Wang H and Li D 2020 Oriented attachment induces fivefold twins by forming and decomposing high-energy grain boundaries *Science* **367** 40–5
- [22] Kopecky Ch V, Andreeva A V and Sukhomlin G D 1991 Multiple twinning and specific properties of  $\Sigma = 3n$  boundaries in f.c.c. crystals *Acta Metallurgica et Materialia* **39** 1603–15
- [23] Bozzolo N and Bernacki M 2020 Viewpoint on the Formation and Evolution of Annealing Twins During Thermomechanical Processing of FCC Metals and Alloys *Metall Mater Trans A* **51** 2665–84
- [24] Ferraresi R, Avanzini A, Cecchel S, Petrogalli C and Cornacchia G 2022 Microstructural, Mechanical, and Tribological Evolution under Different Heat Treatment Conditions of Inconel 625 Alloy Fabricated by Selective Laser Melting *Adv Eng Mater* **24** 2100966
- [25] Mihalisin J, Bieber C and Grant R 1968 Sigma-its occurrence, effect, and control in nickel-base superalloys *TRANS MET SOC AIME* **242**
- [26] Malej S, Medved J, Šetina Batič B, Tehovnik F and Godec M 2017 Microstructural evolution of inconel 625 during thermal aging *Metalurgija* **56** 319–22
- [27] Godec M, Zaefferer S, Podgornik B, Šinko M and Tchernychova E 2020 Quantitative multiscale correlative microstructure analysis of additive manufacturing of stainless steel 316L processed by selective laser melting *Materials Characterization* **160** 110074
- [28] Wang W 2014 *Etude des mécanismes de recristallisation de nouveaux alliages à base de Ni* (PhD Thesis Université Paris-Sud France)
- [29] Wang W, Lartigue-Korinek S, Brisset F, Helbert A L, Bourgon J and Baudin T 2015 Formation of annealing twins during primary recrystallization of two low stacking fault energy Ni-based alloys *J Mater Sci* **50** 2167–77

## *Chapitre 5. Traitements thermiques*

[30] Mukherjee T, Manvatkar V, De A and DebRoy T 2017 Dimensionless numbers in additive manufacturing *Journal of Applied Physics* **121** 064904

## Chapitre 6. Propriétés mécaniques – Arc/Fil, Laser/Fil, Laser/Poudre, Hybride – Laser/Fil/Poudre

1. Caractérisation de la microdureté.....	164
1.1. Procédé Arc/Fil .....	164
1.2. Comparaison des procédés : profils de microdureté .....	165
2. Essais de traction uniaxiale .....	166
2.1. Procédé Arc/Fil .....	166
2.2. Procédé Laser/Fil.....	169
2.3. Procédé Laser/Poudre.....	174
2.4. Comparaison des procédés .....	176
3. Comportement mécaniques des interfaces hybrides .....	177
4. Essais de traction de la zone transitoire.....	178
Faciès de rupture .....	180
Hybride Laser/poudre Laser/Fil direction 45°, IBD.....	180
5. Conclusion.....	181
6. Références .....	182

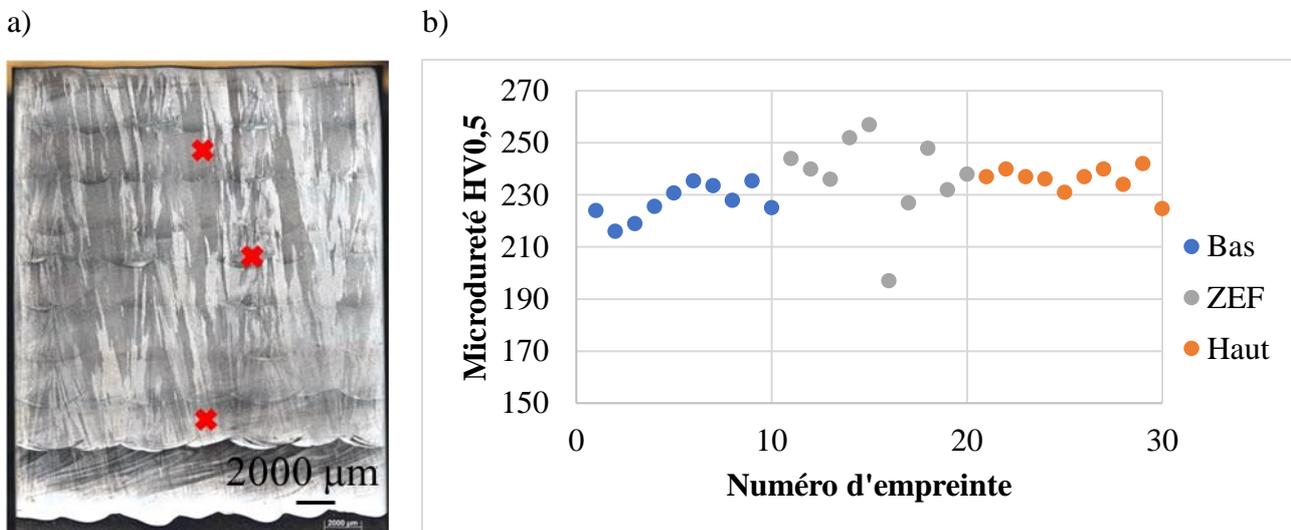
## Chapitre 6. Propriétés mécaniques

Suite aux chapitres concernant l'établissement des structures dans chaque procédé, caractérisation de la transition hybride, réponse des structures aux traitements thermiques, ce chapitre sera consacré aux propriétés finales d'utilisation, notamment les propriétés mécaniques. Dans la première étape la microdureté de chaque procédé sera abordé, avec la comparaison entre structures colonnaires et équiaxes pour la procédé Arc/Fil. Ensuite les essais de traction seront étudiés et permettront de comparer les différents procédés.

### 1. Caractérisation de la microdureté

#### 1.1. Procédé Arc/Fil

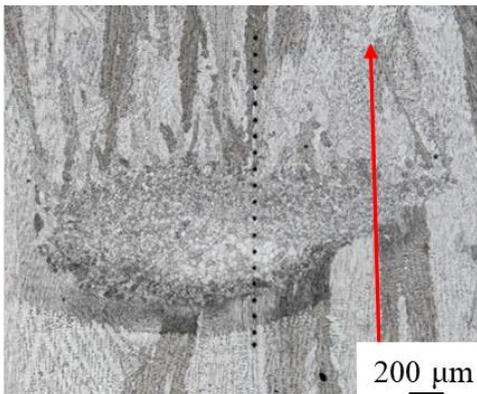
Deux zones du dépôt Arc/Fil ont été analysées en terme de microdureté : zone colonnaire en haut et en bas du dépôt, afin d'évaluer l'impact des cycles thermiques lors de la déposition sur la microdureté et zone équiaxe en milieu de dépôt. Les résultats sont reportés **Figure 6-1**. On observe une légère augmentation de la microdureté entre le bas et le haut du mur dans la zone colonnaire. La zone équiaxe fine (ZEF) présente quant à elle en moyenne une microdureté supérieure mais avec une dispersion plus élevée.



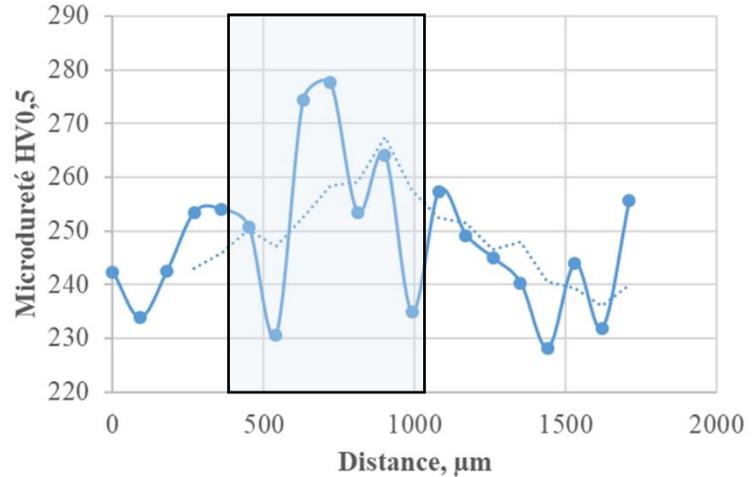
**Figure 6-1 :** Mesure de la microdureté Vickers dans le dépôt Arc/Fil de l'In625 : a) Image de microscopie optique montrant les zones de mesures : en bas, en haut du mur et dans la zone équiaxe fine (ZEF) ; b) Valeur de la microdureté Vickers en fonction de la zone de mesure.

Un profil de microdureté réalisé au travers de la zone équiaxe dans le dépôt Arc/Fil témoigne également de la dispersion des mesures au travers de cette zone (**Figure 6-2**). On observe une augmentation locale de la microdureté au passage de la zone équiaxe à grains fins. Cette augmentation demeure faible et présente une dispersion importante, sans doute corrélable avec la présence de retassure pour les valeurs les plus faibles et de la finesse de taille de grains pour les valeurs les plus grandes.

a)



b)

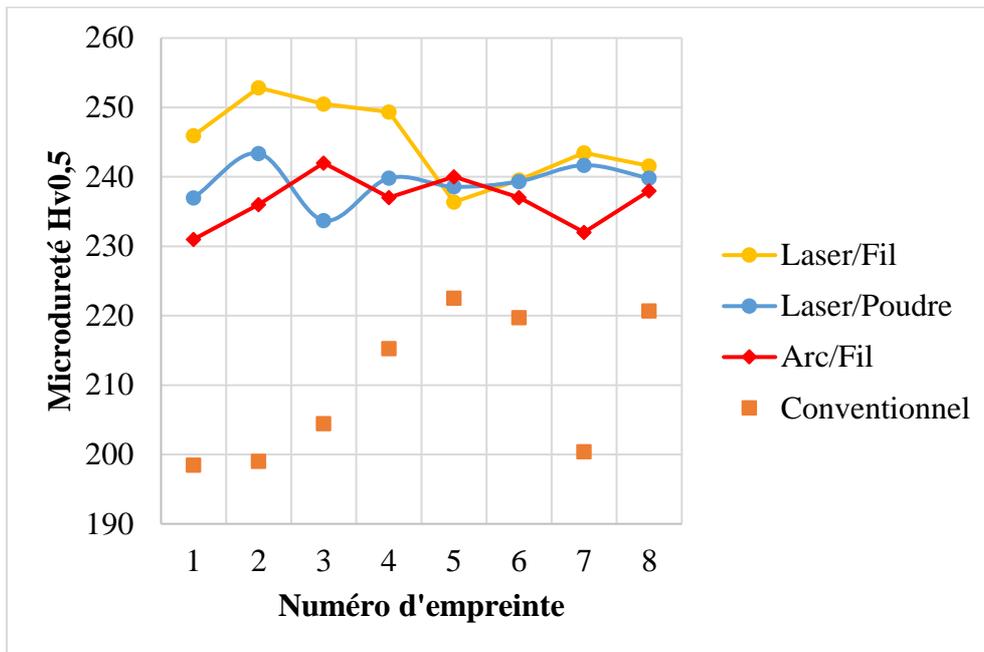


**Figure 6-2 :** Profil de la microdurété Vickers au travers de la zone équiaxe dans le dépôt Arc/Fil de l'In625: a) Image de microscopie optique montrant le profil ; b) Valeur de la microdurété Vickers de la zone équiaxe (zone encadrée).

On remarque que les zones équiaxes, présentes dans l'alliage In625 au contraire des alliages d'aluminium [1], qui contiennent aussi les zones équiaxes, ont la microdurété supérieure ou équivalente à celle des zones colonnaires et ne sont pas les endroits mous de la microstructure.

### 1.2. Comparaison des procédés : profils de microdurété

Des mesures de microdurété ont été réalisées au milieu de chaque mur et au milieu des couches déposées pour comparer l'influence du procédé. Dans le cas de dépôts Arc/Fil et Laser/Poudre, les empreintes ont été effectuées dans la section longitudinale en milieu de section (zone la plus représentative de cette stratégie de dépôt). En revanche dans le cas de dépôt Laser/Fil, la section transversale a été utilisée (zone la plus représentative). En ce qui concerne le matériau conventionnel, la section transversale par rapport à la direction de laminage a été utilisée. Les résultats sont présentés sur la **Figure 6-3**. On observe la même gamme de valeurs : Laser/Fil a  $245 \pm 6$  Hv, Laser/Poudre a  $239 \pm 3$  Hv et Arc/Fil à  $230 \pm 9$  Hv. Il semble qu'au-delà d'une première analyse de conformité, la microdurété n'est pas une mesure à même de rendre compte de différence dans les procédés / et / ou que les structures de solidification, obtenues avec ces procédés n'ont pas d'influence sur la microdurété.



**Figure 6-3 :** Comparaison de la microdureté Vickers entre les différents procédés et l'In625 conventionnel.

En comparaison avec l'alliage 625 conventionnel ( $210 \pm 10$  Hv), les valeurs de microdureté des dépôts obtenues par fabrication additive sont plus élevées. L'explication possible peut être une augmentation locale de la microdureté par les précipités interdendritiques : carbures MC et phases de Laves, qui sont fragiles et plus durs. Effectivement, l'alliage 625 conventionnel présente une fraction de carbures moins élevée et majoritairement présente aux joints de grains.

## 2. Essais de traction uniaxiale

### 2.1. Procédé Arc/Fil

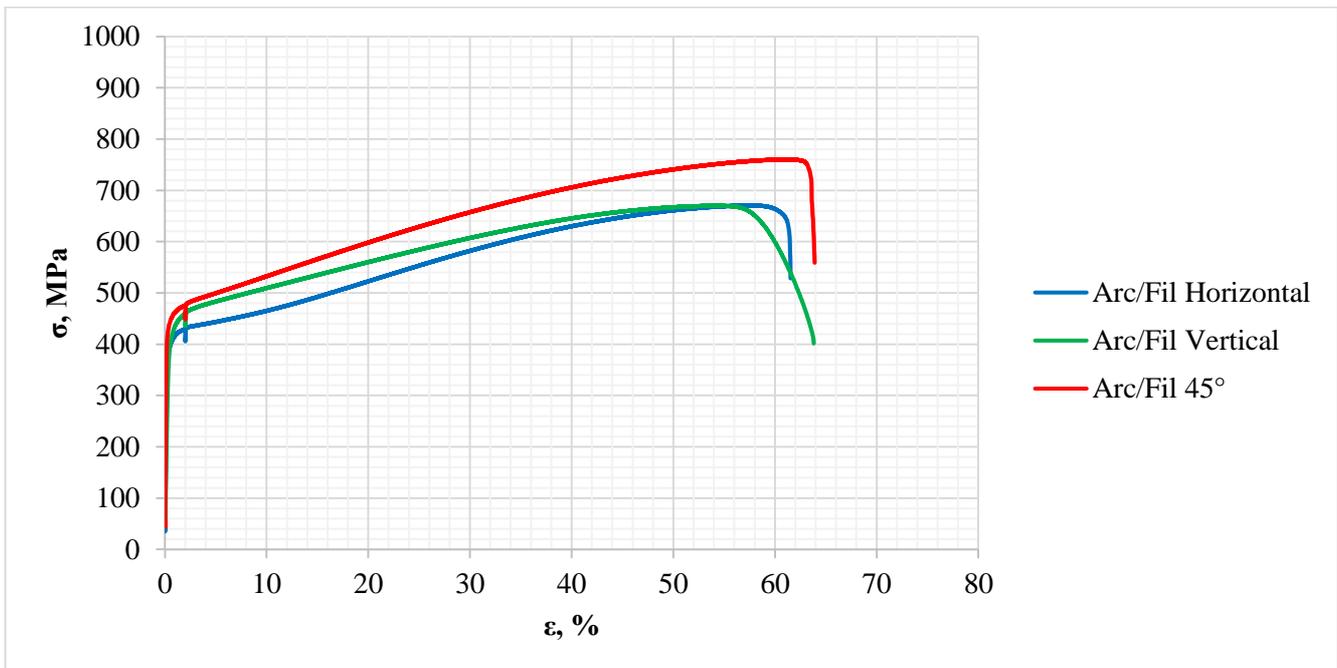
#### 2.1.1. Résultats des essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés suivant les trois directions dans chaque mur : verticale, horizontale et à  $45^\circ$ , voir le **Chapitre 2 Matériaux et méthodes**.

Les résultats sont reportés sur la **Figure 6-4**. Trois essais pour chaque direction ont été réalisés qui montrent une très grande reproductibilité. Les courbes et les valeurs moyennes ont été représentées ici pour plus de clarté. On observe que le dépôt Arc/Fil, avec sa structure mixte : colonnaire/équiaxe, présente une faible anisotropie : les deux directions horizontale et verticale sont presque équivalentes avec une résistance mécanique de 670 MPa, une limite d'élasticité respectivement de 395 MPa et de 408 MPa et un allongement à rupture de 56,5 % et 61 %. La direction de traction à  $45^\circ$  montre quant à elle les meilleures propriétés avec une limite d'élasticité de 433 MPa, résistance mécanique de 766 MPa et un allongement à rupture de 62 %. Le **Tableau 6-1** reprend l'ensemble des informations.

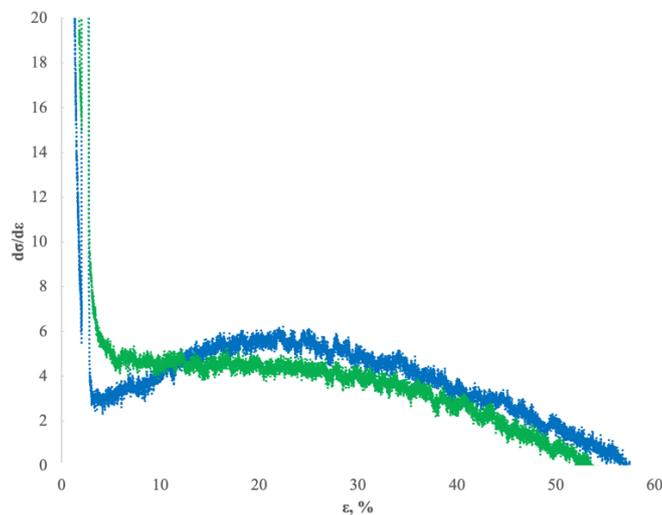
**Tableau 6-1 :** Propriétés mécaniques des éprouvettes cylindriques du dépôt Arc/Fil en traction.

Direction	Rp0,2, MPa	Rm, MPa	A, %
Horizontal	392	671	56,5
Vertical	$403 \pm 5,1$	$669 \pm 4$	$61 \pm 0,5$
$45^\circ$	$435 \pm 2,2$	$761 \pm 3,3$	$56 \pm 1$



**Figure 6-4 :** Courbes de traction pour les éprouvettes cylindriques du dépôt mixte (colonnaire/équiaxe) Arc/Fil.

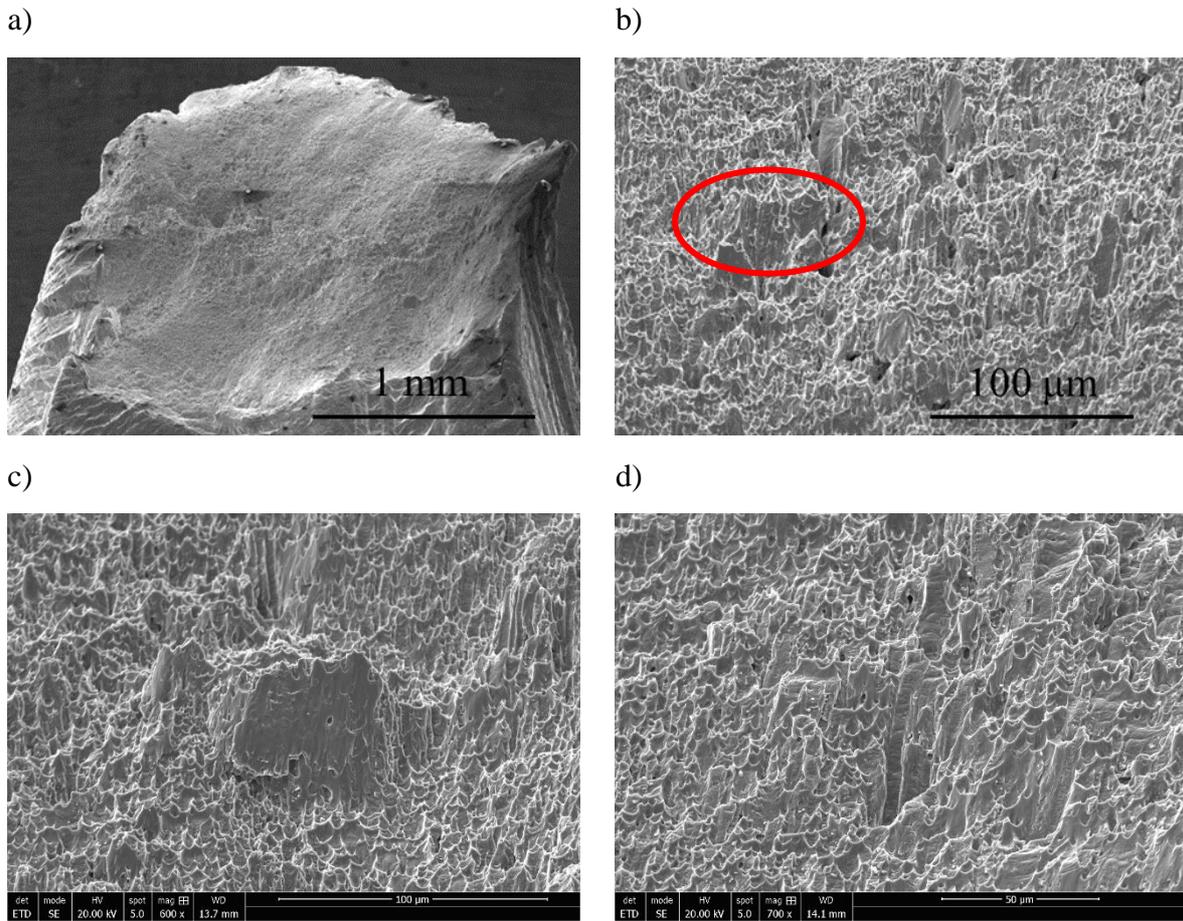
L'évolution de l'érouissage est reportée sur la **Figure 6-5** via la dérivée de la contrainte, lissée. Contrairement à la direction verticale qui présente une diminution constante du taux d'érouissage, la direction horizontale (courbe bleue) présente un faible érouissage jusqu'à 10% de déformation, suivi d'un renforcement avec un taux d'érouissage supérieur à celui d'un essai vertical (courbe verte) et d'une diminution progressive.



**Figure 6-5 :** Evolution du taux d'érouissage du dépôt Arc/Fil (vert : vertical / bleu : horizontal)

### 2.1.2. Faciès de rupture

Le faciès de rupture du dépôt Arc/Fil en sens vertical (IBD) (**Figure 6-6**) montre une striction bien développée. La rupture est ductile avec de nombreuses cupules et un faible nombre de zones facettées (ellipse rouge). La rupture n'apparaît pas à l'interface des domaines équiaxe / colonnaire (l'éprouvette a été polie d'un côté et observée au MEB près de la zone de rupture : aucun signe de présence de la zone équiaxe proche de faciès de rupture n'a pas été détecté).



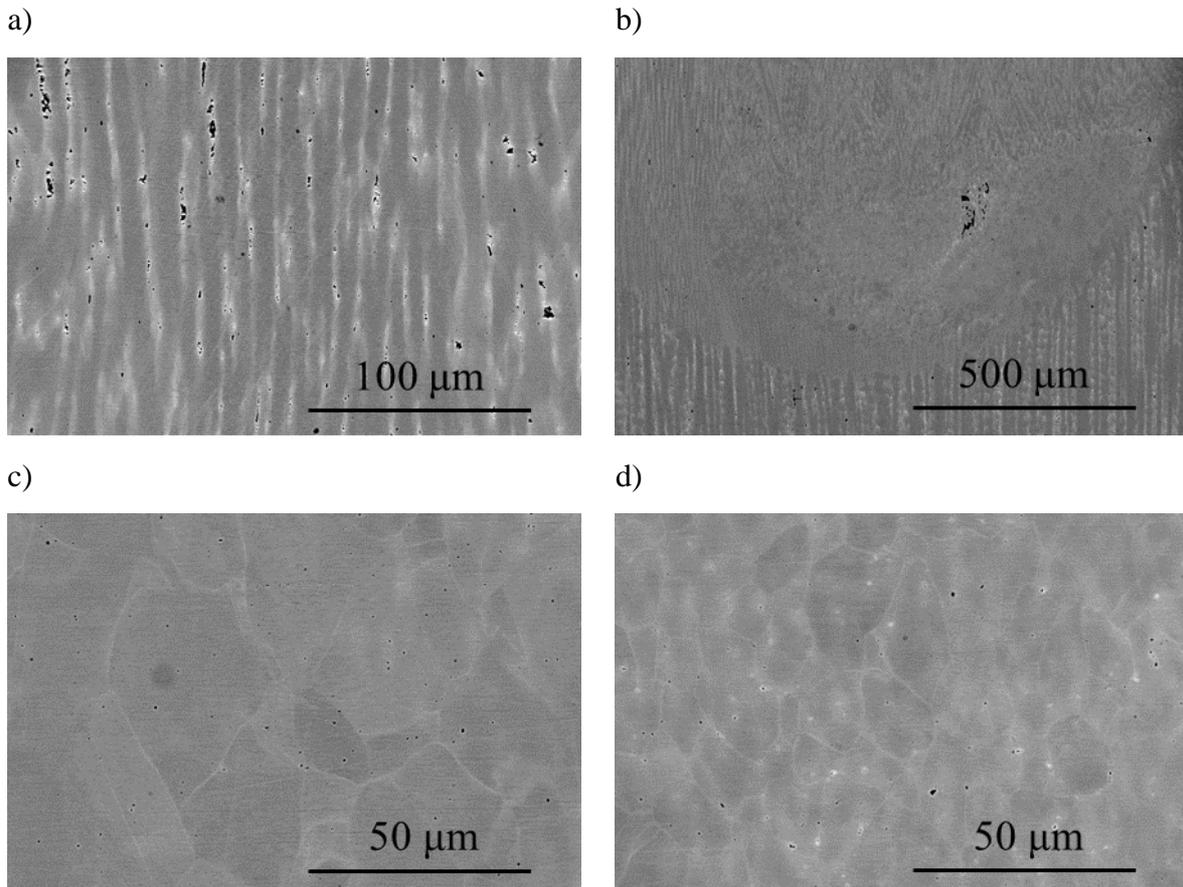
**Figure 6-6 :** Faciès de rupture de l'éprouvette cylindrique du dépôt Arc/Fil en sens vertical (lBD) : a) vue générale ; b) partie centrale 450x ; c) zone facettée 600x ; d) zone ductile 700x.

### 2.1.3. Discussion

On peut tenter d'interpréter le comportement mécanique au vu de la macrostructure du mur déterminée dans le **Chapitre 3**.

Les éprouvettes **verticales** contiennent des interfaces entre couches positionnées à 90° de la direction de traction le plus souvent traversées par des grains colonnaires alignés parallèlement à la direction de traction. Les zones équiaxes fines quant à elles sont perpendiculaires à la direction de traction et présentent une dispersion locale de microdureté (**Figure 6-1** et **6-2**) qui peut être significative.

On peut imaginer qu'au cours de l'essai de traction les zones colonnaires relaxent principalement la contrainte. Les interfaces entre couches présentent une légère rotation des grains pendant la croissance épitaxiale, pouvant donner plus de systèmes de glissement actifs et augmenter la ductilité avec un écrouissage monotone et progressif. On remarque effectivement **Figure 6-7 a** à l'intérieur des grains colonnaires la rupture localisée des précipités interdendritiques, de la fragmentation et la formation de porosité signe d'une importante activité de plasticité. Concernant la zone équiaxe, la retassure de solidification au voisinage de la mésoségrégation présente une décohésion **Figure 6-7 b**, mais ce n'est pour autant pas le siège d'amorçage de la rupture. Les grains équiaxes ne présentent pas / peu d'endommagement ni de traces de glissement perceptibles que ce soient les grains « grossiers » **Figure 6-7 c** ou « fins » **Figure 6-7 d**. La zone équiaxe semble être plus résistante en accord avec sa microdureté plus élevée.



**Figure 6-7 :** a) Endommagement de la microstructure colonnaire ; b-c-d) Endommagement de la zone équiaxe fine après la rupture du dépôt mixte (colonnaire/équiaxe) Arc/Fil selon la direction verticale.

Dans les éprouvettes **horizontales**, les interfaces entre couches sont parallèles à la direction de traction et les grains colonnaires sont perpendiculaires à la direction de traction : le nombre de grains (nombre des systèmes de glissement actifs élevé) et le nombre de joints de grains doit être maximale dans ce cas. Les zones équiaxes fines sont orientées suivant cette direction. On peut penser (hypothèse à confirmer) que la relaxation de la contrainte démarre par un mécanisme de cisaillement de l'interface entre zone équiaxe et colonnaire avec un premier stade d'écrouissage (figure 6-6) jusqu'au démarrage de la plasticité dans les grains colonnaires favorablement orientés.

Les éprouvettes à 45° se trouvent entre les deux cas précédents, contenant les interfaces entre couches, les grains colonnaires et les zones équiaxes orientés à 45° par rapport à la direction de traction. Le Facteur de Schmid pour les éprouvettes de 45° est très proche de 0, cela veut dire que le glissement des dislocations dans les plans (111) n'est pas favorisé et il y a plus de résistance au glissement (en accord avec la limite d'élasticité plus élevée). Associé au nombre de grains et donc joints de grains intermédiaire entre les deux cas précédents et contribuant également à la résistance, cette direction présente effectivement la combinaison des meilleures propriétés.

## 2.2. Procédé Laser/Fil

### 2.2.1. Eprouvettes cylindriques

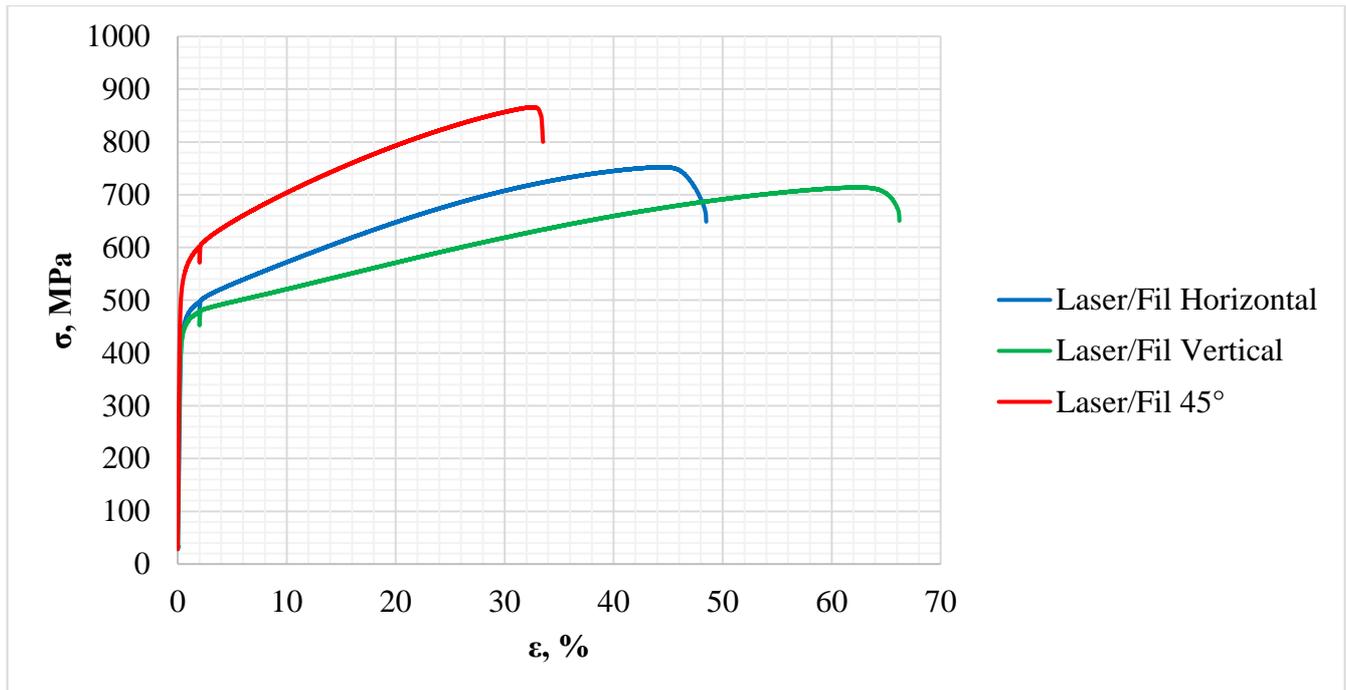
Les résultats sur éprouvettes cylindriques sont présentés **Figure 6-8**. Comme pour le procédé Arc-Fil, trois essais pour chaque cas ont été réalisés de façon reproductibles et les courbes et valeurs moyennes sont présentées. Le dépôt Laser/Fil est plus ductile selon l'axe vertical (parallèlement à la direction de la construction (BD, Z)) avec un allongement de 66 % et le moins résistant dans cette direction avec une limite d'élasticité de 436 MPa et une résistance mécanique de 724 MPa. La situation est inverse pour les

## Chapitre 6. Propriétés mécaniques

essais à 45° par rapport à la direction de la construction (BD) : l'allongement est minimal avec 33 %, une limite d'élasticité de 529 MPa et une résistance mécanique de 866 MPa. Dans la direction de balayage du laser SD ( $\perp$ BD) les valeurs sont intermédiaires : allongement égal à 46 % limite d'élasticité de 445 et résistance mécanique de 752 MPa. Le **Tableau 6-2** reprend l'ensemble des informations.

**Tableau 6-2 :** Propriétés mécaniques des éprouvettes cylindriques du dépôt Laser/Fil en traction

Direction	Rp0,2, MPa	Rm, MPa	A, %
Horizontal	442 $\pm$ 8,7	739 $\pm$ 8,4	47 $\pm$ 0,7
Vertical	433 $\pm$ 2	712 $\pm$ 9,8	64 $\pm$ 1,5
45°	536 $\pm$ 21,3	870 $\pm$ 9,8	34 $\pm$ 1,2

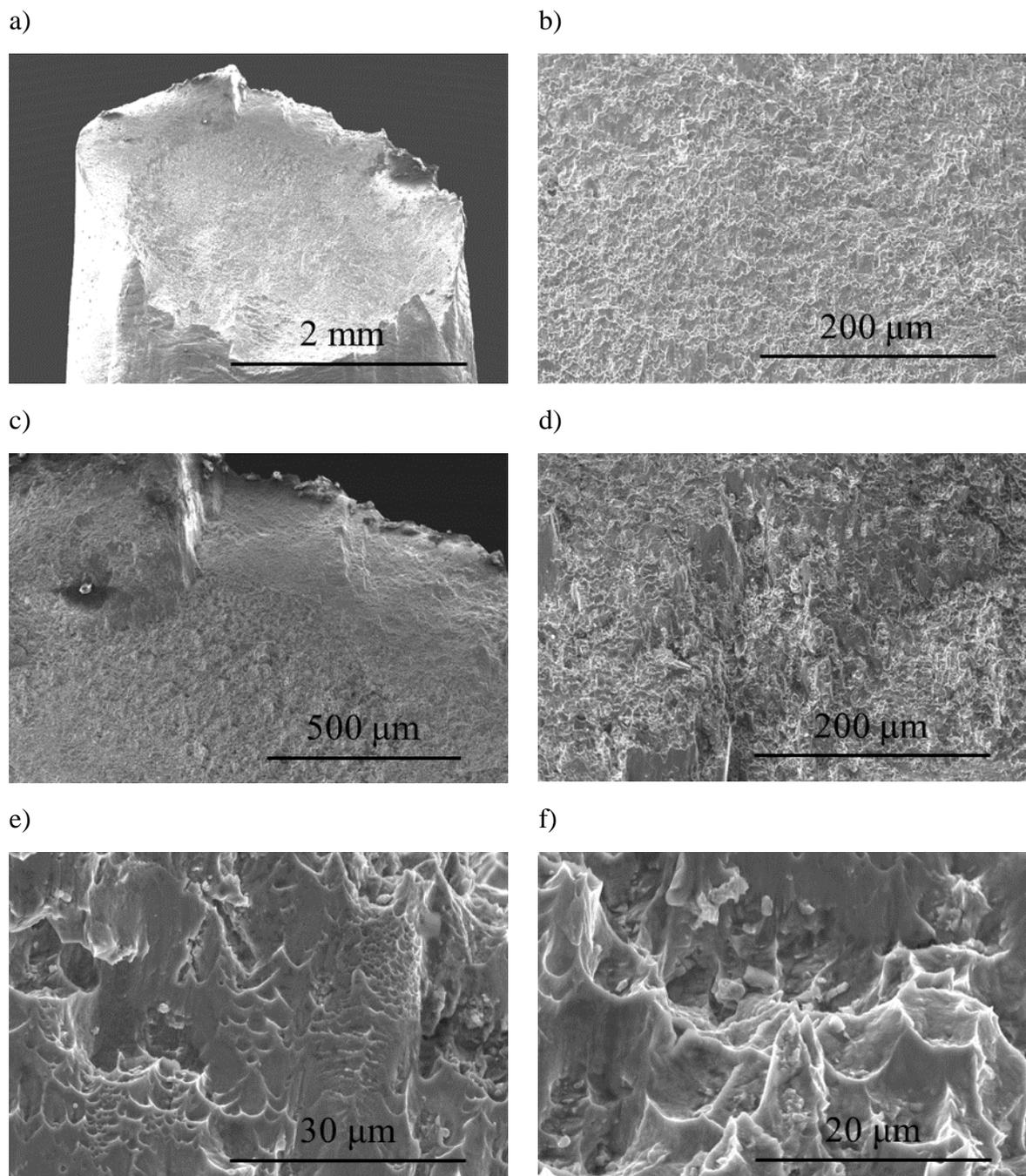


**Figure 6-8 :** Courbes de traction des éprouvettes cylindriques du dépôt Laser/Fil.

### 2.2.2. Examen des faciès de rupture

#### Laser/Fil direction horizontale, $\perp$ BD

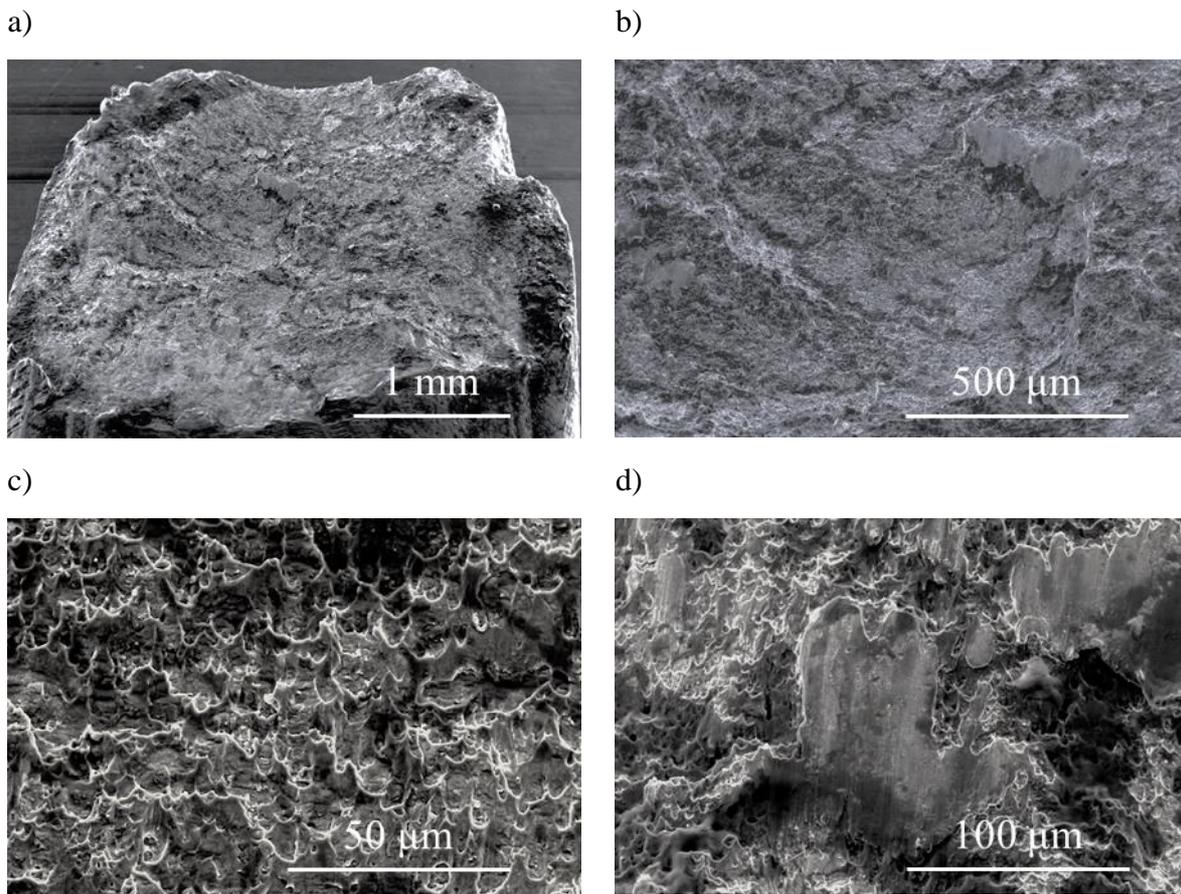
La section de rupture est proche de 60° de la direction de traction (**Figure 6-9a**). La rupture est ductile (**Figure 6-9b**), sauf la partie supérieure gauche (**Figure 6-9c**) présentant des facettes pouvant correspondre à du clivage. Au centre de la section, on observe des zones ductiles avec une taille de cupules se rapprochant de celle des espacements interdendritiques, mais également inférieure (**Figure 6-9e**). On voit aussi des zones mixtes (ductile + clivage) (**Figure 6-9d**) avec localisation de la déformation (**Figure 6-9f**).



**Figure 6-9 :** Faciès de rupture de l'éprouvette cylindrique du procédé Laser/Fil dans la direction du scan du laser (direction horizontale,  $\perp$ BD) : a) vue générale ; b) zone ductile ; c) zone de clivage ; d) zone mixte ; e) zoom sur la zone ductile 2000x ; f) zoom sur la zone ductile 3000x.

#### **Laser/Fil direction verticale, $\parallel$ BD**

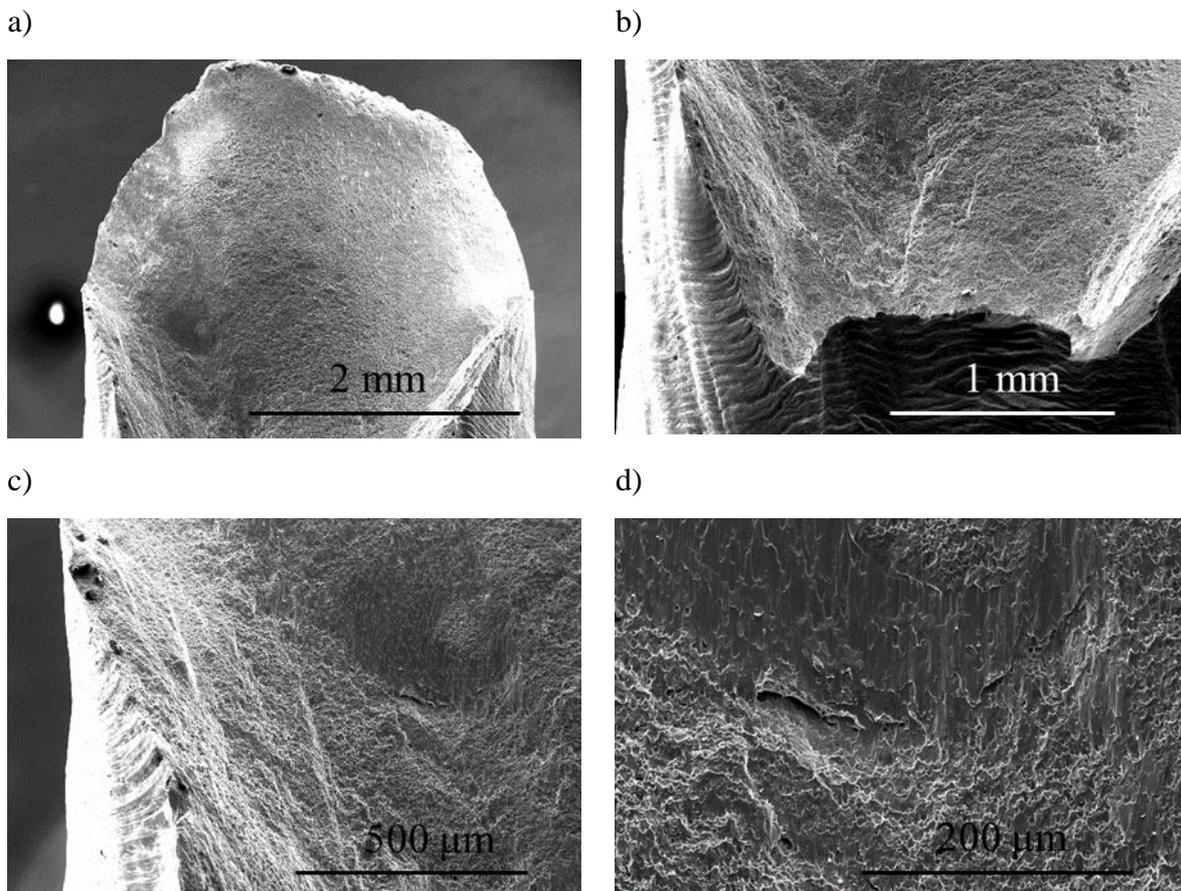
Le faciès est plus ductile que dans la direction horizontale en cohérence avec les mesures (65 % contre 45 %) (**Figure 6-10 c**). L'angle de la section est proche aussi de  $60^\circ$  par rapport au sens de la construction du dépôt (**Figure 6-10 a**). Il y a moins de facettes, mais quelques zones mixtes (ductile + clivage) peuvent être retrouvées (**Figure 6-10 b, d**).



**Figure 6-10 :** Faciès de rupture de l'éprouvette cylindrique du procédé Laser/Fil dans le sens de la construction (direction verticale, ||BD) : a) vue générale ; b) zone mixte ; c) zone ductile ; d) zoom sur la zone mixte 500x.

### **Laser/Fil direction 45°, ||BD**

Les faciès sont les plus complexes (**Figure 6-11a**). On observe trois plans de propagation de la rupture orthogonaux entre eux se rejoignant au centre de l'éprouvette (**Figure 6-11b, c**). Ces plans présentent des cupules ductiles. Ces plans peuvent correspondre soit aux interfaces entre les couches, soit aux joints de grains difficilement identifiable, car la rupture est plutôt ductile. Il y a peu de clivage, sauf très localisé (**Figure 6-11d**). La mauvaise orientation des plans de glissement favorise le déclenchement avec la contrainte de cisaillement maximale, d'où le relief à 45° et une concentration de la déformation au cœur de l'éprouvette semblant être l'endroit de l'amorçage de la rupture. La striction est la plus faible dans ce cas en accord avec la courbe de traction.



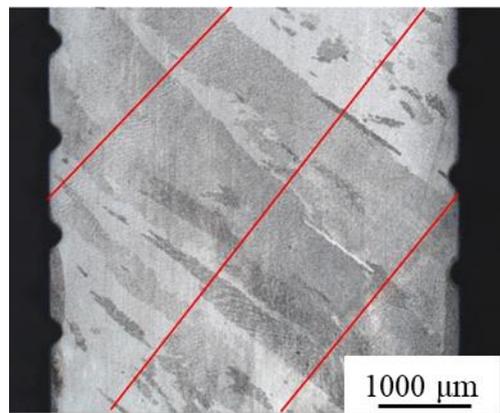
**Figure 6-11 :** Faciès de rupture de l'éprouvette cylindrique du procédé Laser/Fil dans la direction de 45° par rapport à la direction de construction (BD) : a) vue générale ; b) zone d'amorçage de rupture ; c) plan de rupture ; d) zone de clivage.

### 2.2.3. Discussion

Les éprouvettes **verticales** ( $\parallel$ BD) contiennent des interfaces entre couches perpendiculaires à l'axe de traction et une combinaison de grains colonnaires orientés parallèlement et à 45° de l'axe de traction suivant le chevauchement ou non des cordons. Chaque grain colonnaire va se déformer avec la sollicitation. La déformation plastique commence plus tôt que selon les autres directions, probablement dû à la meilleure orientation des systèmes de glissement (facteur de Schmidt le plus élevé).

Les éprouvettes **horizontales** ( $\perp$ BD) ne contiennent pas les interfaces entre couches à 90°, par contre les grains colonnaires cette fois sont orientés plus ou moins à 90° de l'axe de traction. Le facteur de Schmidt encore élevé se traduit par une limite d'élasticité semblable (très légèrement supérieure). Par contre la taille de grains plus fine dans ce cas peut conduire de manière active au renforcement de cette direction (écrouissage plus important) et à la perte de ductilité.

Les éprouvettes à 45° contiennent les interfaces entre couches et des grains colonnaires orientés à 45° par rapport à la direction de traction, comme le montre la micrographie de la tête de l'échantillon sur la **Figure 6-12** (lignes rouges montrant les interfaces entre les couches). Le nombre de grains et donc le nombre de joints de grains que contient l'éprouvette se trouve aussi entre les deux cas précédents. Le Facteur de Schmid pour les éprouvettes de 45° est très proche de 0, cela veut dire que le glissement des dislocations dans les plans (111) n'est pas favorisé se traduisant par une plus grande limite d'élasticité un écrouissage plus élevé et une perte de ductilité.



**Figure 6-12 :** Microstructure de la tête de l'éprouvette cylindrique du dépôt Laser/Fil à 45° par rapport à la direction de la construction (BD) avec les interfaces entre les couches marquées en rouge.

### 2.2.6. Synthèse sur les mécanismes de déformation de Laser/Fil

Le dépôt Laser/Fil est moins résistant, mais plus ductile dans le sens vertical, car chaque grain colonnaire travaille « en parallèle », majorité des systèmes de glissement des dislocations sont actifs. Le fasciés de rupture est majoritairement ductile. La direction de 45° est au contraire la direction avec la résistance mécanique la plus élevée, en revanche la ductilité est la plus faible. L'observation de la microstructure et les fasciés de rupture nous montre l'orientation des grains colonnaires et donc des joints de grains, ainsi que les interfaces entre les couches déposées à 45° par rapport à l'axe de sollicitation mécanique. Le glissement des dislocation est plus difficile dans ce cas, car le nombre de systèmes de glissement sont moindre. La direction horizontale du dépôt Laser/Fil est affaibli par l'orientation orthogonale des joints des grains par rapport à l'axe de traction. Les propriétés mécaniques sont intermédiaires dans ce cas entre les cas précédentes.

### 2.3. Procédé Laser/Poudre

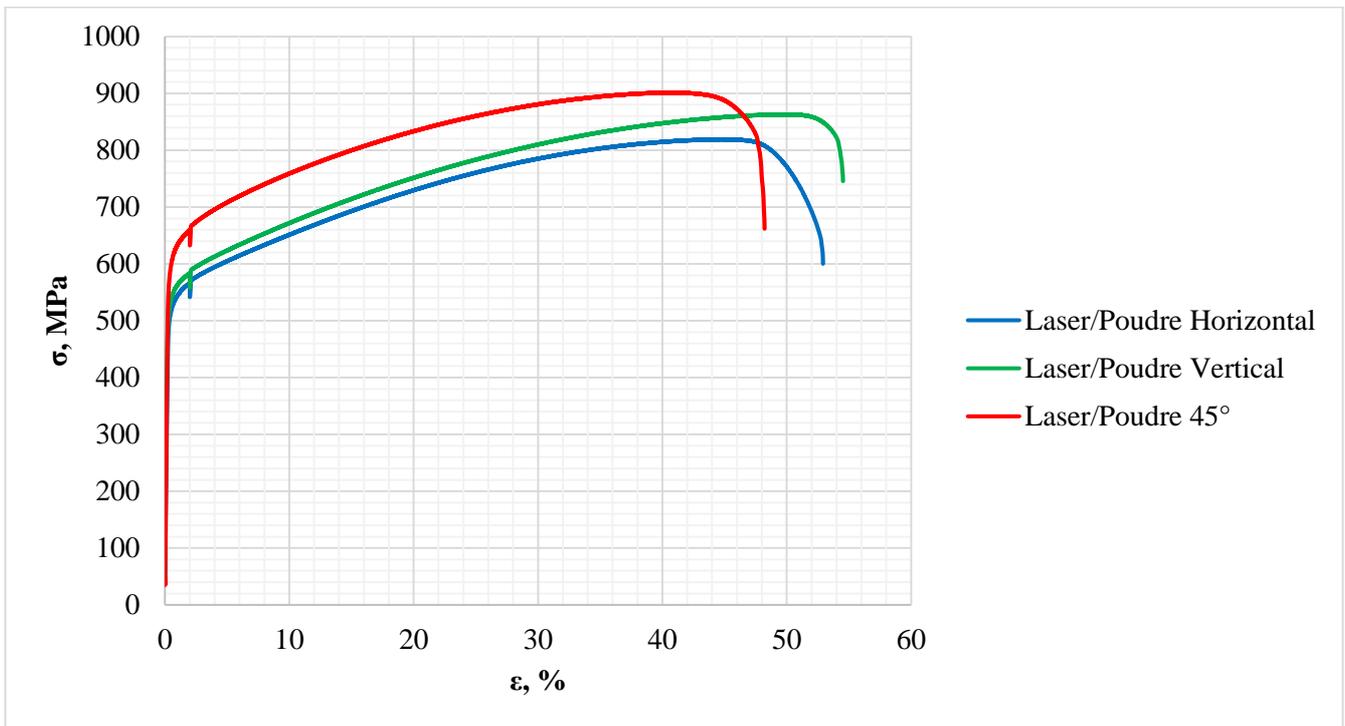
Les résultats des essais de traction du procédé Laser/Poudre élaborés avec un **schéma de lasage longitudinal** identique à celui du mur hybride, sont reportés sur la **Figure 6-13**. Encore une fois, trois essais pour chaque cas ont été testés et montrent une excellente reproductibilité. Les courbes avec les valeurs moyennes ont été choisies.

La limite d'élasticité et la résistance mécanique sont minimales dans la direction longitudinale, intermédiaire dans la direction verticale (direction de construction) et maximale dans la direction de 45° avec presque 100MPa de plus.

Les deux directions verticales et longitudinales présentent le même niveau d'allongement, légèrement supérieur à 50%. La direction à 45° est moins ductile avec un allongement à rupture de 42%. Le **Tableau 6-3** reprend les valeurs moyenne des trois essais.

**Tableau 6-3 :**

Direction	Rp0,2, MPa	Rm, MPa	A, %
Horizontal	498 ± 18,4	793 ± 32,9	46 ± 1,9
Vertical	528 ± 1,1	859 ± 5,1	46 ± 1,1
45°	588 ± 6,9	897 ± 5,3	42 ± 0,9



**Figure 6-13 :** Courbes de traction caractéristiques pour les éprouvettes cylindriques du dépôt Laser/Poudre.

Les éprouvettes **verticales** ( $\parallel$ BD) contiennent des interfaces entre couches à  $90^\circ$ . L'éprouvette est constituée de grains colonnaires alignés parallèlement avec la direction de traction. Chaque grain colonnaire s'allonge avec la sollicitation pendant l'essai de traction.

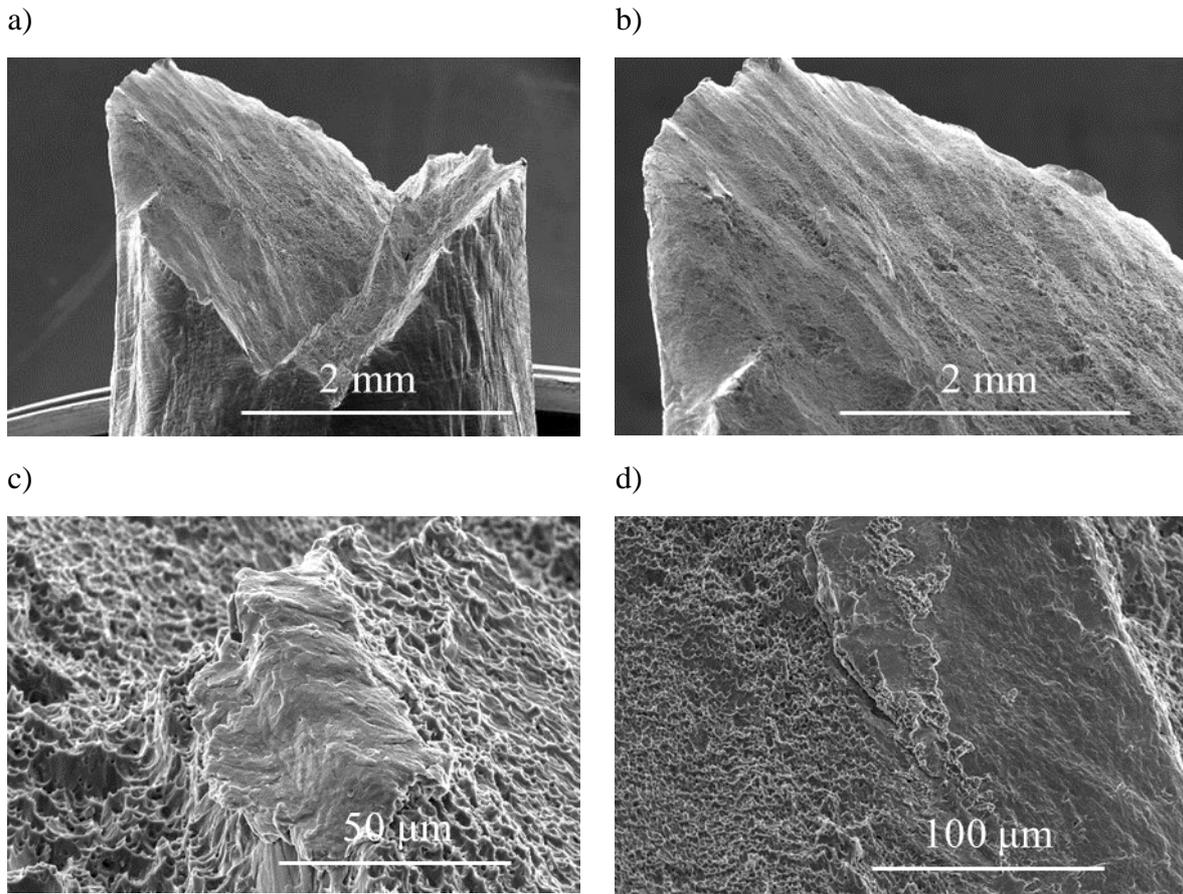
La légère augmentation des propriétés mécaniques observée selon **l'axe horizontal** peut être attribué à l'orientation de la structure colonnaire et à la part plus importante du durcissement par joint de grain dans cette direction, de façon similaire au procédé Laser/Fil. La meilleure ductilité de ces deux directions peut également être reliée au facteur de Schmid élevé.

**Le comportement des éprouvettes à  $45^\circ$**  peut lui aussi être analysé de façon identique à celles du procédé Laser-Fil : le nombre de grains et donc de joints de grains se situe entre les deux cas précédents et le facteur de Schmid dans ce cas est proche de zéro pour le système  $(111)\langle 110 \rangle$ .

## Faciès de rupture

### Laser/Poudre direction $45^\circ$ , $\parallel$ BD

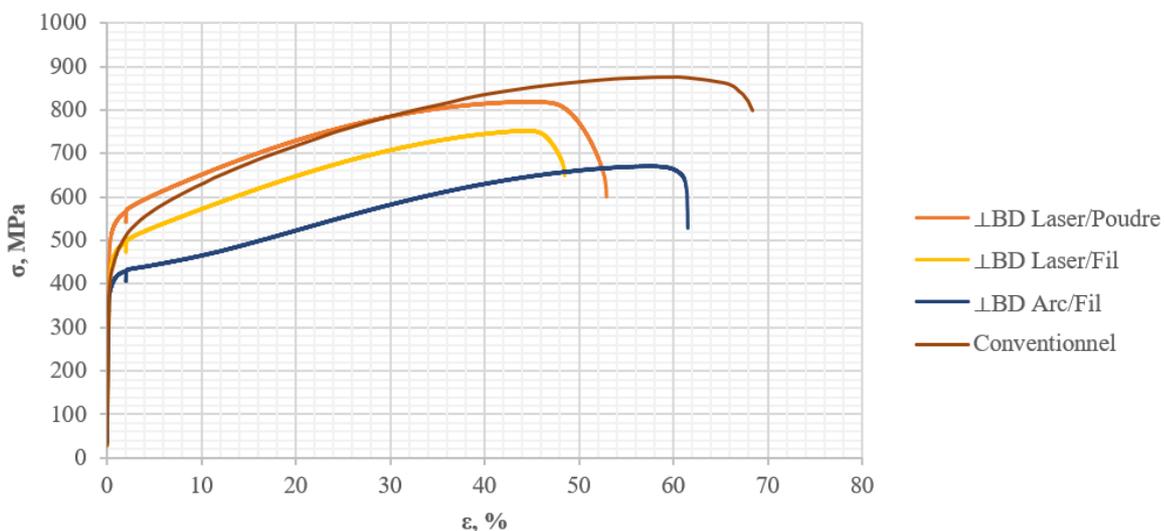
Nous avons reporté **Figure 6-14** les faciès de rupture d'une éprouvette Laser/Poudre  $45^\circ$ . Une forte ressemblance avec l'éprouvette de Laser/Fil  $45^\circ$  est observée mais seuls deux plans à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de traction sont « activés » (**Figure 6-14a**). Ces plans correspondent bien aux interfaces entre les couches et aux joints des grains. Dans la partie de gauche de l'échantillon, on observe une zone avec des facettes au bord et au milieu une rupture plutôt ductile (**Figure 6-14b**). La fissure au milieu part beaucoup plus loin dans l'éprouvette. Et le clivage est important (**Figure 6-14c, d**).



**Figure 6-14 :** Faciès de rupture de l'éprouvette cylindrique du procédé Laser/Poudre dans la direction de 45° par rapport à la direction de construction (BD) : a) vue générale ; b) zone fragile au bord ; c) zone de clivage ; d) zone de clivage près de la fissure.

#### 2.4. Comparaison des procédés

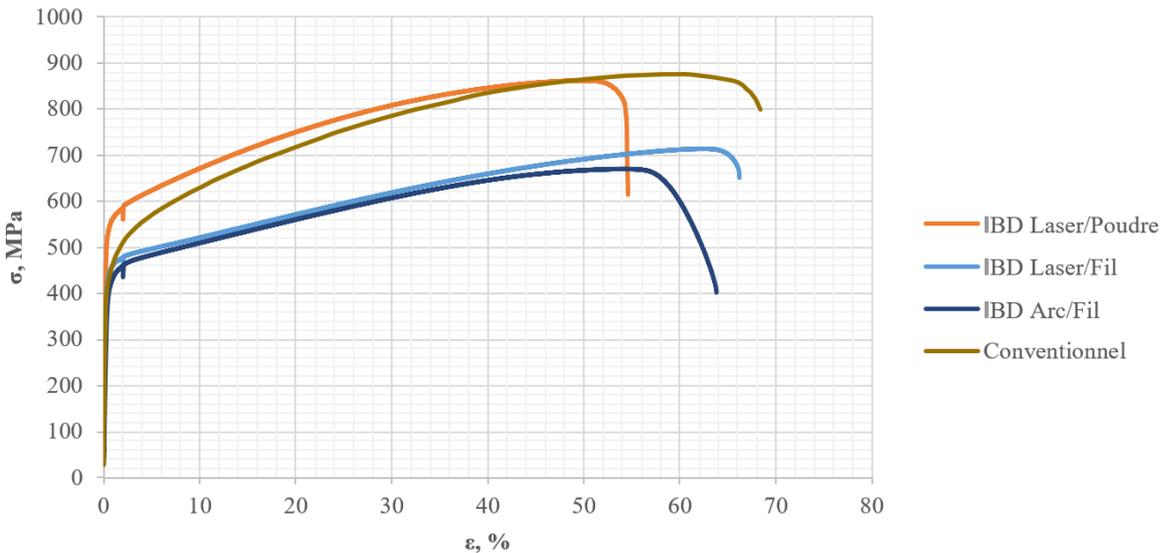
Suivant la direction horizontale ( $\perp$ BD) (**Figure 6-15**), le procédé Laser/Poudre est supérieur aux autres procédés et se rapproche du matériau conventionnel. Le procédé Laser/Fil est intermédiaire entre Laser/Poudre et Arc/Fil en terme de résistance mécanique, mais le moins ductile. Le procédé Arc/Fil est le plus ductile et se rapproche du matériau conventionnel en terme de ductilité.



**Figure 6-15 :** Courbes de traction pour les éprouvettes cylindriques suivant la direction horizontale ( $\perp$ BD).

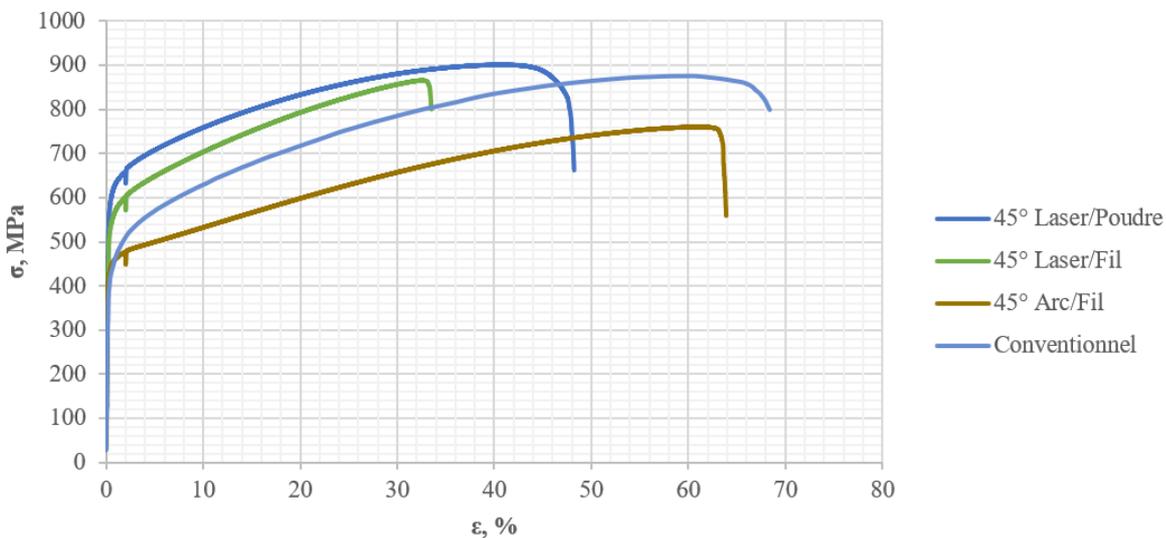
## Chapitre 6. Propriétés mécaniques

Dans la direction verticale (IBD) (**Figure 6-16**), le dépôt Laser/Poudre présente encore les meilleures propriétés mécaniques et dépasse même l'alliage conventionnel en limite d'élasticité, mais il perd en ductilité. En revanche les dépôts Laser/Fil et Arc/Fil dans cette direction sont semblables si ce n'est une légère perte de ductilité du procédé du procédé Arc-Fil.



**Figure 6-16 :** Courbes de traction pour les éprouvettes cylindriques suivant la direction verticale (IBD).

Dans la direction à 45° par rapport à la direction de construction du mur (BD) (**Figure 6-17**), la situation est la même : le dépôt Laser/Poudre est supérieur, le dépôt Laser/Fil est moins résistant et moins ductile, par contre les deux dépôts sont meilleurs que le matériau conventionnel. Le dépôt Arc/Fil est plus faible que les autres, par contre il a la ductilité très proche de celle de l'alliage conventionnel.



**Figure 6-17 :** Courbes de traction pour les éprouvettes cylindriques suivant 45° par rapport à la direction de construction du mur (BD).

### 3. Comportement mécaniques des interfaces hybrides

L'interface Fil/Poudre présente un grand intérêt en terme de formation des structures et surtout des propriétés mécaniques. Le dépôt Hybride donne des perspectives d'utiliser les avantages des dépôts différents afin de d'avoir meilleure résistance mécanique, par exemple. Le comportement mécanique de

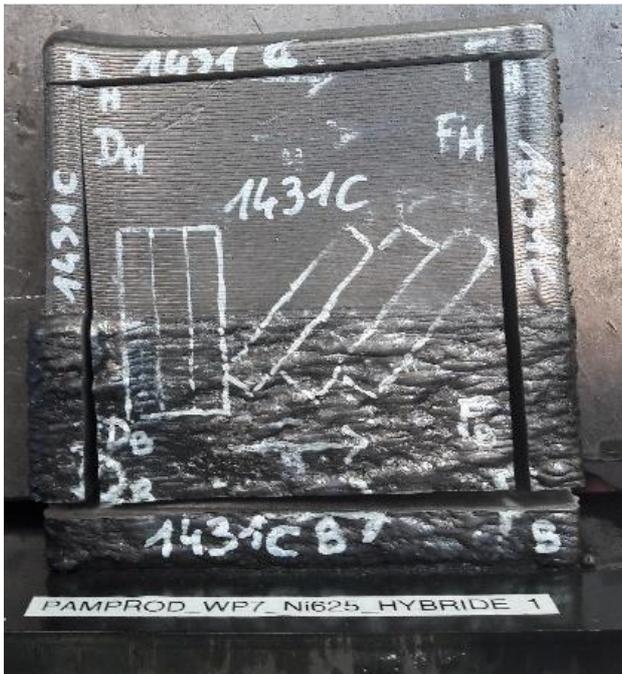
## Chapitre 6. Propriétés mécaniques

l'interface Fil/Poudre est peu étudié dans la littérature, la question de fragilisation et gradient des propriétés à travers l'interface se posent. Ils seront éclairés dans cette partie.

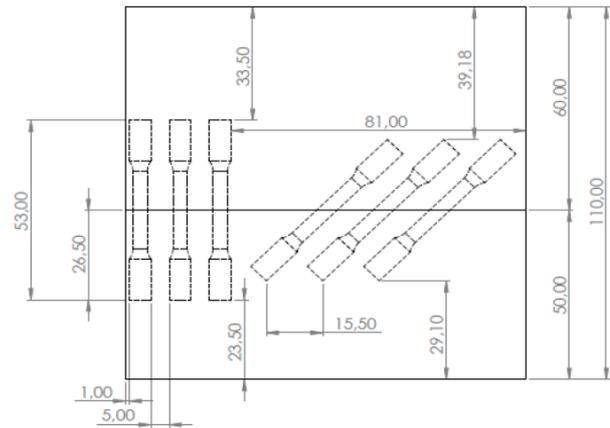
### 4. Essais de traction de la zone transitoire

L'image du mur hybride avec le plan de prélèvement des échantillons est présenté sur la **Figure 6-18**. Les directions verticale et à 45°, traversant l'interface Fil/Poudre ont été choisies pour les essais de traction. Trois échantillons ont été testés pour chaque cas.

a)



b)



**Figure 6-18 :** a) Image du mur Hybride avec le positionnement des échantillons ; b) plan de positionnement des échantillons.

Les résultats des essais de traction sont reportés dans le **Tableau 6-4**. La limite d'élasticité pour les échantillons verticaux ( $\parallel$ BD) est égal à  $364 \pm 0,8$  MPa, la limite de rupture est égal à  $681 \pm 12,3$  MPa. La ductilité montre une déformation de  $50 \pm 1$  %. Au contraire, les échantillons à 45° ont  $496 \pm 25,3$  MPa de limite d'élasticité et  $839 \pm 24,5$  MPa de limite de rupture, avec  $34 \pm 1,4$  % de déformation.

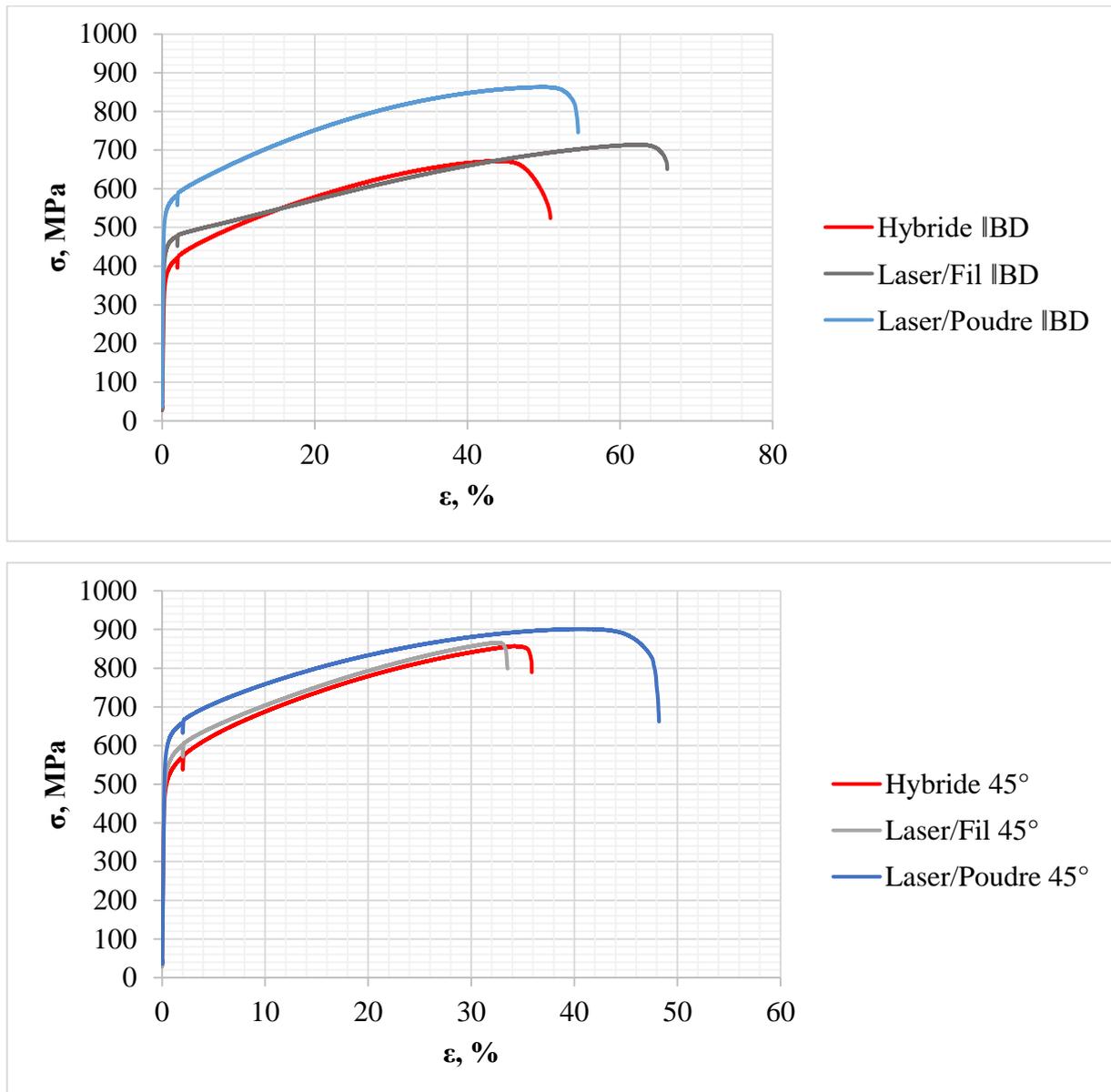
**Tableau 6-4 :** Résultats des essais de traction de la jonction Hybride.

Essai	$R_{p0,2}$ , MPa	$R_m$ , MPa	Allongement, %
T1	363	672	50,5
T2	365	698	51,5
T3	364	672	49,0
45°-1	528	855	33,5
45°-2	494	857	35,5
45°-3	466	804	32,0

Les échantillons à 45° ont une limite d'élasticité 36 % plus élevée que les échantillons verticaux. De plus, la limite de rupture est également 23 % plus élevée pour les échantillons à 45° que pour les échantillons verticaux.

## Chapitre 6. Propriétés mécaniques

Trois tests ont été effectués pour chaque condition et les courbes moyennes sont représentées sur la **Figure 6-19** pour plus de lisibilité. A titre de comparaison, nous avons reporté sur les mêmes figures, les résultats correspondants des murs mono dépôt : fil et poudre dans les mêmes sollicitations.

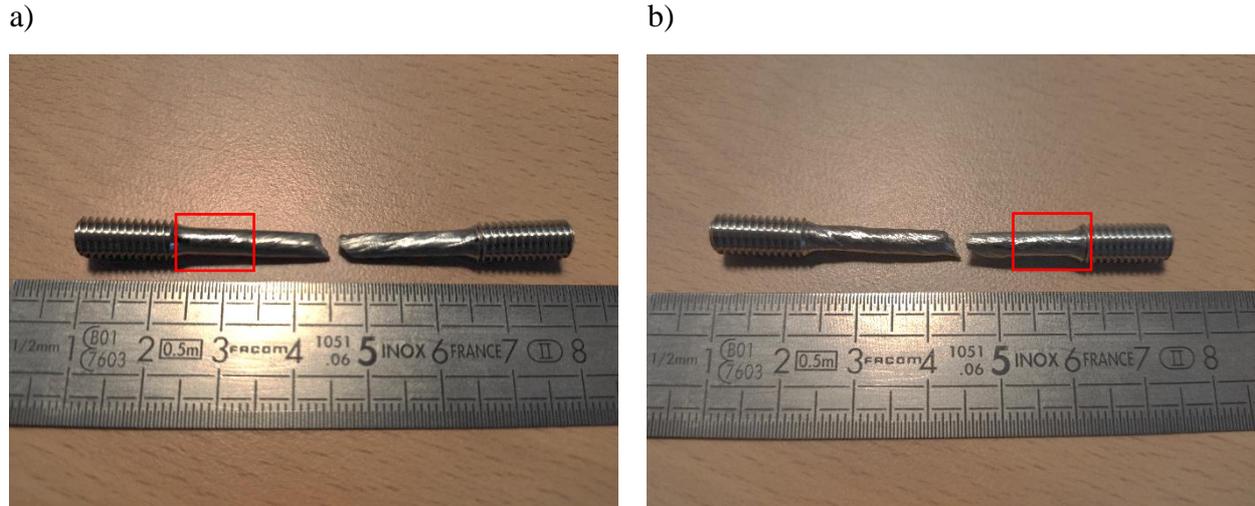


**Figure 6-19 :** Courbes de traction pour les éprouvettes cylindriques de la jonction Hybride Fil/Poudre.

La courbe de la jonction hybride à 45° est proche de celle du dépôt Laser selon la même direction. En revanche celle de la jonction hybride sollicitée verticalement montre des valeurs de limite d'élasticité, de rupture et d'allongement plus faibles que celles du Laser/Fil verticalement mais restant similaires.

L'examen des éprouvettes montre qu'effectivement dans l'ensemble des essais de murs hybrides, la déformation s'est portée majoritairement sur la partie « Fil » du mur et le dépôt Laser/Poudre n'a été que peu déformé (**Figure 6-20**, rectangle rouge). La rupture elle est systématiquement associée au dépôt Laser/Fil. C'est donc naturellement que la loi de comportement suivie celle du matériau le plus faible.

En conséquence, l'allongement reporté et mesuré par l'extensomètre ne représente pas la réalité, vu qu'un seul extensomètre a été positionné sur l'éprouvette et l'on manque la déformation précise sur chaque partie de la jonction. Afin de connaître l'allongement réel il faut placer les deux extensomètres séparément dans la partie fil et dans la partie poudre.

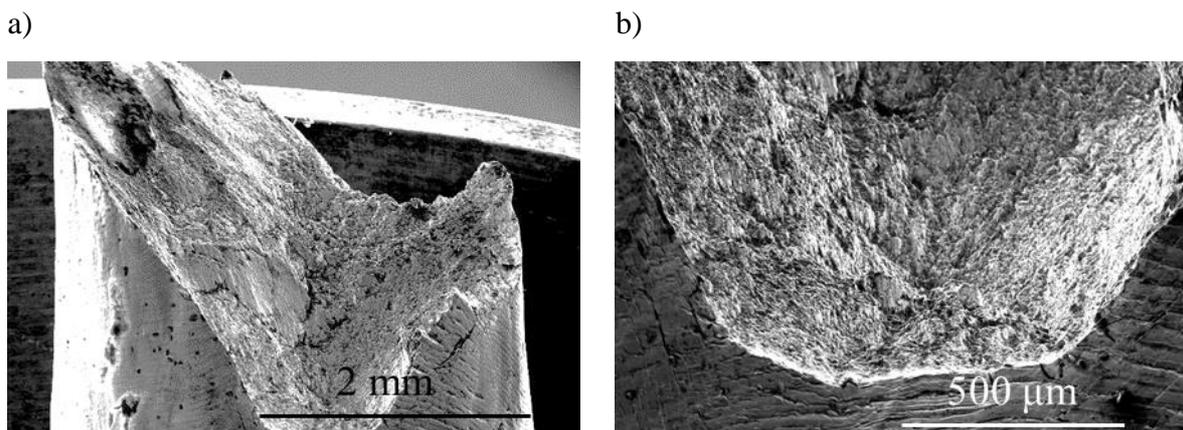


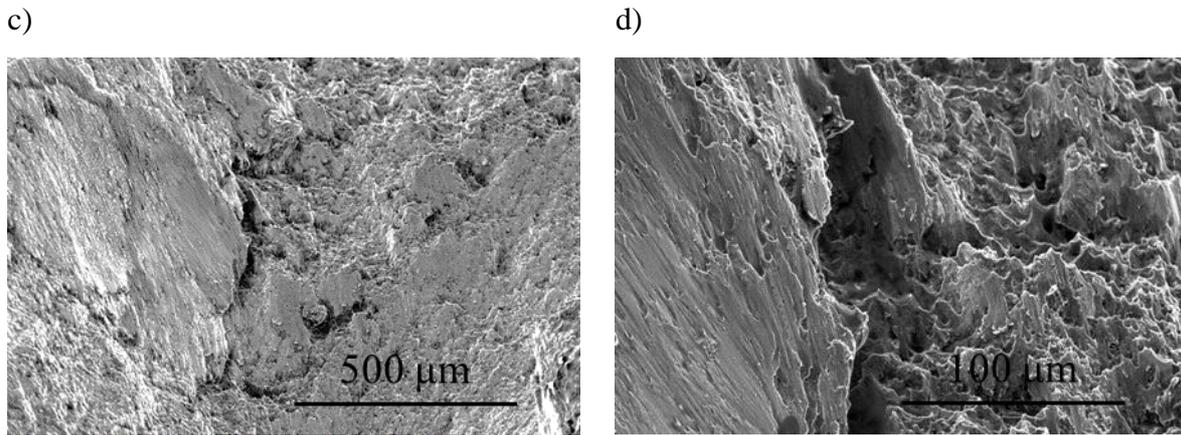
**Figure 6-20 :** Éprouvettes de traction de la jonction Hybride, amenées à rupture : a) Verticale ; b) 45°.

### Faciès de rupture

#### Hybride Laser/poudre Laser/Fil direction 45°, IBD

L'éprouvette de la jonction Hybride (Fil/Poudre) à 45° s'est cassée dans la partie fil. On observe deux plans à 45° par rapport à l'axe de la traction sur lesquels la rupture s'est propagée (**Figure 6-21a**). L'amorçage est le même que l'éprouvette mono-process Laser/Fil à 45° (**Figure 6-21b**), par contre dans l'entaille la rupture est fragile (**Figure 6-21c**) avec présence de quelques facettes, plus loin dans la section la rupture revient ductile (**Figure 6-21d**).





**Figure 6-21 :** Faciès de rupture de l'éprouvette cylindrique de la jonction Hybride dans la direction de 45° par rapport à la direction de construction (BD) : a) vue générale ; b) zone d'amorçage ; c) l'entaille de rupture ; d) fissure avec la transition fragile/ductile.

### 5. Conclusion

Les mesures de microdureté montrent des valeurs proches entre trois procédés, cette technique de caractérisation mécanique ne semble pas être assez sélective pour révéler les différences entre les procédés. La zone équiaxe montre une variation importante de la microdureté, et en moyenne équivalente ou supérieure de la microdureté des zones colonnaires.

Pour l'ensemble des procédés, les résultats des essais mécaniques montrent que la direction verticale est légèrement moins résistante que la direction horizontale, elle-même moins résistante que la direction 45°.

Nous avons associé ce résultat à la texture des échantillons majoritairement composé de grains colonnaires alignés selon l'axe vertical. La texture induit un facteur de Schmid le plus élevé selon les deux directions horizontales et verticales et nul suivant la direction 45°.

Les propriétés légèrement supérieures selon l'axe horizontal peuvent être quant à elles reliées à la taille de grains plus petite selon cette direction. Les propriétés à 45° résultant au premier ordre d'une combinaison de la taille de grain associée à la « mauvaise orientation » des systèmes de glissement.

Comparé au procédé Arc/Fil, nous avons montré que le procédé Laser/Fil présentait un niveau supérieur de propriétés mécaniques selon les directions horizontales et 45° et des propriétés similaires selon la direction verticale. Nous avons attribué cette différence à :

- La taille de grain de la structure colonnaire plus fine pour Laser/Fil
- Un affaiblissement des propriétés de la structure Arc/Fil selon l'axe horizontal, associé à la plasticité des zones équiaxes, conduisant à un caractère plus isotrope.

Des trois procédés, le procédé Laser/Poudre se distingue nettement : il est toujours largement supérieur au procédés « fil » et au moins égal au « conventionnel » (si ce n'est une légère perte d'allongement). Ces propriétés supérieures sont ici encore associées à la finesse de la structure.

La transition fil/poudre n'est pas un point faible de la jonction Hybride. La résistance assurée par la partie poudre, conduit à la déformation préférentielle de la partie fil, avec la rupture dans cette partie à des niveaux de propriétés similaire au mur mono-dépôt.

**6. Références**

- [1] Hu Y N, Wu S C and Chen L 2019 Review on failure behaviors of fusion welded high-strength Al alloys due to fine equiaxed zone *Engineering Fracture Mechanics* **208** 45–71

### **Conclusion générale**

Les procédés de fabrication additive conduisent généralement à des structures avec des grains colonnaires. Ceci est principalement attribué aux gradients thermiques élevés qui réduisent ou éliminent la zone en surfusion devant l'interface S/L, et à l'utilisation d'alliages typiquement conçus pour la fabrication additive avec des faibles teneurs en élément d'alliage, ou avec des éléments d'alliage qui contribuent peu à la génération de surfusion constitutionnelle. Cependant, il est possible d'obtenir des grains équiaxes très fins dans les alliages métalliques par la FA : formation des zones avec grains équiaxes fines dans les alliages d'aluminium ou le phénomène d'ISRO. On peut y parvenir en choisissant des alliages contenant plus de soluté pour générer suffisamment de surfusion constitutionnelle, comme c'est le cas de l'alliage 625. En outre, les vitesses de refroidissement très élevées associées à tous les procédés de FA peuvent générer une grande quantité de surfusion thermique, qui à son tour peut faciliter la germination beaucoup plus importante avec moins de puissance nécessaire, en utilisant des stratégies de dépôt complexes (oscillation de la source d'énergie) ou pulsations de la source. La fabrication additive offre ainsi un certain nombre de possibilités à utiliser des approches pour affiner les structures des alliages, en favorisant les structures mixtes (colonnaires/équiaxes).

Le procédé Laser/Poudre produit les structures le plus fines en terme de taille de grains et les espacements interdendritiques, le procédé Arc/Fil les plus grosses.

La microstructure des trois procédés de fabrication additive à grand vitesse étudiés confirme la dominance des structures colonnaires. Néanmoins les transitions, notamment la transition colonnaire/équiaxe, sont possibles dans la structure de l'alliage 625.

Dans le cas du procédé Arc/Fil la thermique joue le rôle prépondérant dans cette transition. Les oscillations de la source d'énergie sont nécessaires afin d'élargir le bain liquide et former une zone en surfusion en bas du bain, comme le montre la modélisation de la thermique. Ensuite les pulsations de la source d'énergie permettent de perturber les isothermes de liquidus et solidus, favorisant la fragmentation des dendrites et la germination des nouveaux grains. Des poches équiaxes peuvent être ainsi créées, non totalement homogènes chimiquement. Ces zones peuvent affiner la structure colonnaire et adoucissent le matériau dans la direction horizontale.

Dans le procédé Laser/Fil la structure est entièrement colonnaire, suite au dépôt avec les passes en aller simple.

En revanche dans le procédé Laser/Poudre il y a formation de zones équiaxes grâce aux oscillations de la source d'énergie, proche du cas du dépôt Arc/Fil.

L'énergie de dépôt détermine la taille des grains colonnaires et équiaxes, ainsi que les espacements dendritiques. L'énergie volumique plus élevée donne la taille des structures plus importante et vice versa.

Dans l'étude du mur hybride, nous avons montré que la transition Fil/Poudre s'accompagne par une taille de grains plus faible au vu du dépôt de la poudre sur le substrat du fil froid. L'établissement du régime permanent prend minimum trois couches de la poudre déposée. Ensuite les microstructures du dépôt de Fil et du dépôt de Poudre ont des microstructures communes avec l'établissement du régime permanent.

Le traitement thermique avec la remise en solution suivi du vieillissement fait effacer la différence du procédé en terme de la microstructure, y compris la transition hybride. Elle permet de gagner en microdureté, mais se situe plus bas que l'In625 conventionnel. La zone colonnaire est stable pour le traitement thermique de 1200 °C 30' pour les procédés Laser/Poudre et Arc/Fil, ce n'est pas le cas pour le procédé Laser/Fil, il est entièrement recristallisé après cet traitement thermique. Cela peut être le signe des contraintes résiduelles plus élevées pour ce procédé. Les deux autres sont les dépôts mixtes : équiaxes/colonnaires, et il est possible que les zones équiaxes accommodent une partie des contraintes résiduelles. Les zones équiaxes commencent à recristalliser les premières avec les mêmes mécanismes, elles sont moins stables et se situent plus hors équilibre que les zones colonnaires. Le mécanisme de recristallisation peu connu, consistant en formation des macles pentagonaux a été montré. La formation

## *Conclusion générale*

de ces macles peut être le signe de contraintes résiduelles élevées. La densité plus élevée de ces axes pentagonaux dans l'In625 conventionnel confirme l'origine mécanique et thermique de ces macles.

Le dépôt Laser/Fil après traitement thermique de recristallisation donne une microstructure avec le nombre maximale de macles par grain. La prévalence des joints maclés sur les joints des grains classiques peut être intéressante, ceux-ci étant cités comme améliorant la tenue à la corrosion. Cela permet aussi de réduire l'anisotropie de la texture brute de solidification. La question de l'influence de cette microstructure sur les propriétés mécaniques n'a pas pu être traité dans le cadre de ce travail.

Les essais de traction des éprouvettes cylindriques montre la supériorité du dépôt Laser/Poudre, qui se rapproche du matériau conventionnel. Parmi les procédés Fil, le procédé Laser/Fil est plus résistant mécaniquement, mais présente plus d'anisotropie des propriétés mécaniques. En revanche, le procédé Arc/Fil a le comportement mécanique un peu différent, assurée par la structure mixte (colonnaire/équiaxe) et plus isotrope : le sens horizontal est équivalent au sens vertical. Pour tous les procédés le sens de 45° donne le maximum de la résistance à la traction, cela peut s'expliquer par la position des joints des grains et interfaces entre les cordons, qui limitent la mobilité des dislocations.

Cette augmentation des propriétés peut être intéressante s'il est possible à la conception de privilégier cette orientation des structures par rapport aux axes de sollicitation. Le fasciés de rupture confirme le comportement mécanique le plus complexe.

La transition Fil/Poudre n'est pas un point faible de la jonction Hybride, malgré la présence de la ZAT, de la morphologie ondulée et des défauts de solidification, qui peuvent être une source de propagation des fissures et finalement de la rupture. La résistance assurée par la partie poudre, fait déformer la partie fil, avec la rupture dans cette partie.

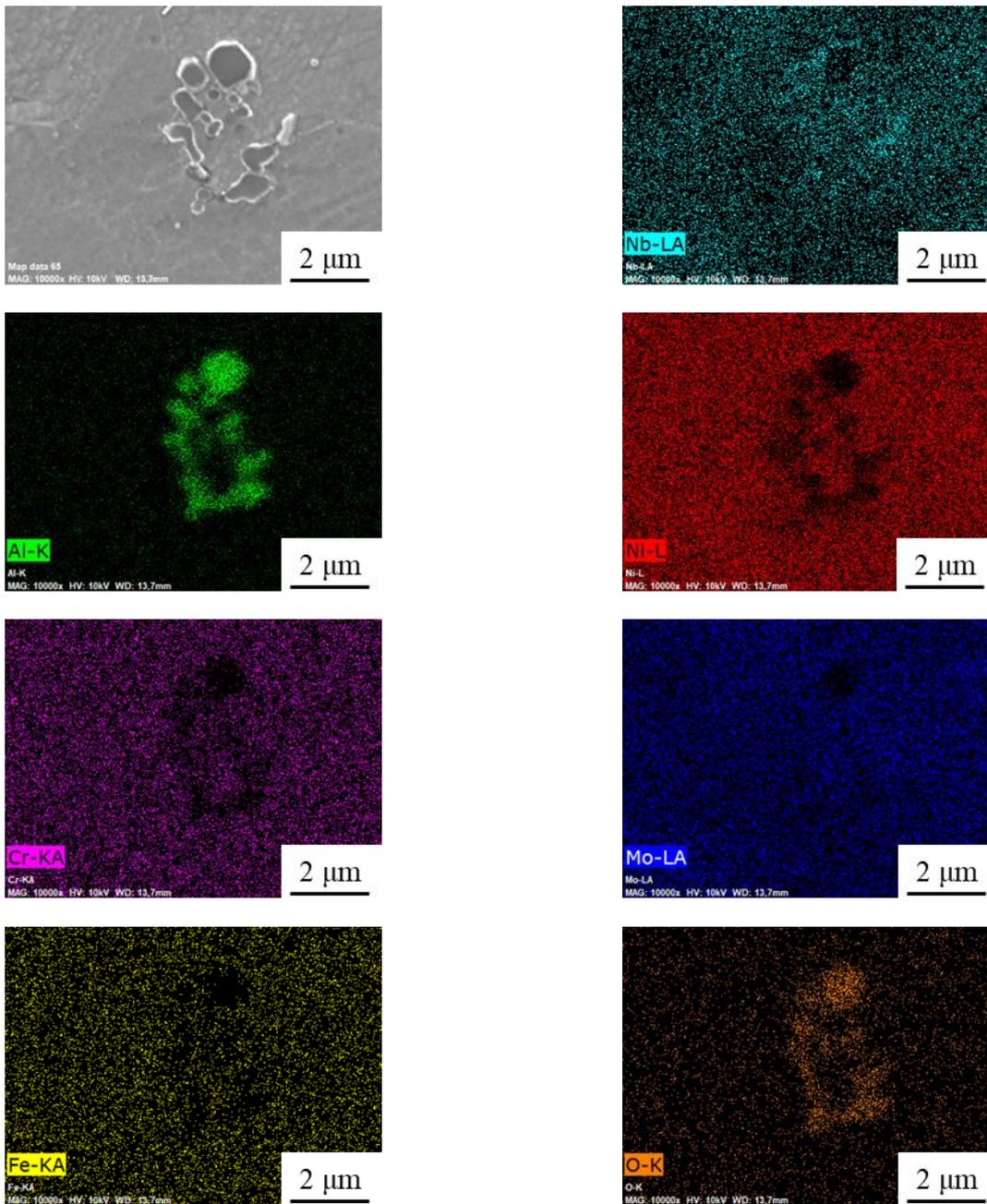
Concernant les perspectives, grand intérêt de continuer le travail sur le lien entre les structures mixtes (colonnaire/équiaxe) et les propriétés mécaniques. Ainsi les propriétés mécaniques des dépôts suite aux traitements thermiques : l'influence des structures mises en solution et vieillis, et l'influence des structures recristallisés avec la dominance des joints de macles. La recherche sur les propriétés mécaniques des structures orientés à 45° par rapport à l'axe de sollicitation, qui permet d'augmenter les propriétés mécaniques. L'étude approfondie des axes pentagonaux avec le MET est aussi prometteuse afin de comprendre leur formation.

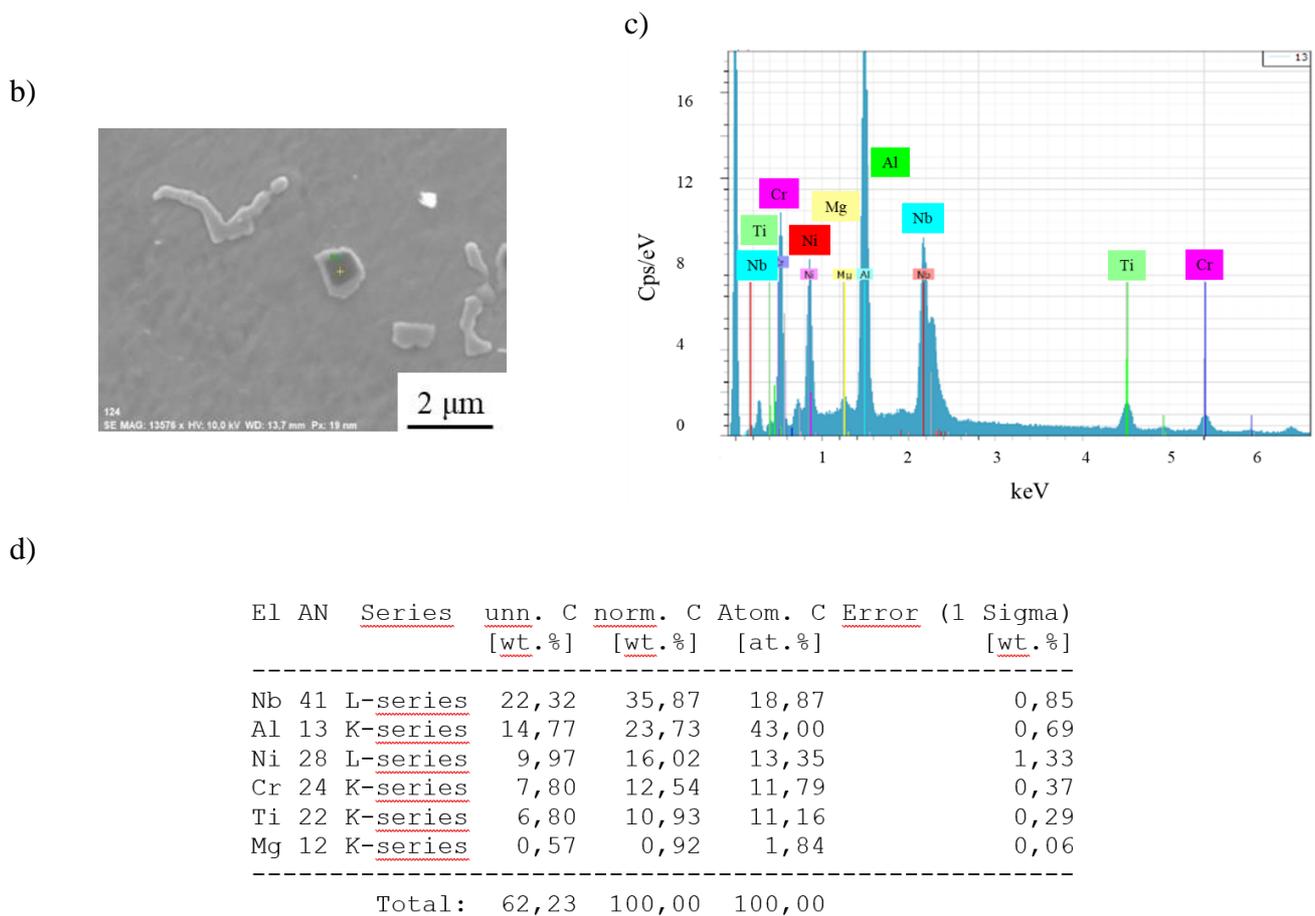
La poursuite de la simulation est également nécessaire afin de modéliser le comportement dans le bain liquide lors de solidification des poches équiaxes.

## Annexe 1 - Inclusions dans le procédé Laser/Fil

Dans cet annexe les résultats MEB/EDS des inclusions existantes dans le dépôt Laser/Fil sont présentées. Les inclusions d'alumine de quelques microns peuvent former un agglomérat dans l'état liquide. Un exemple est donné **Figure 1** avec la cartographie EDS correspondante. On observe que les inclusions d'alumine sont recouvertes par une coque constituée d'éléments à nombre atomique élevé. La cartographie EDS nous montre qu'elle consiste préférentiellement en Nb. Un pointé confirme qu'il y a une ségrégation de Nb autour de l'inclusion d'alumine. Comme cela a la température de fusion très élevée, elle reste solide pendant la fusion et la solidification et sert comme un germe hétérogène pour le carbure de Nb.

a)





**Figure 1 :** Cartographie EDS d'un agglomérat inclusionnaire dans le dépôt Laser/Fil : a) Image MEB en SE et cartes EDS des éléments respectives ; b) Image MEB en SE, montrant l'inclusion ; c) Spectre EDS de cette inclusion ; d) Résultats de quantification de cette inclusion.

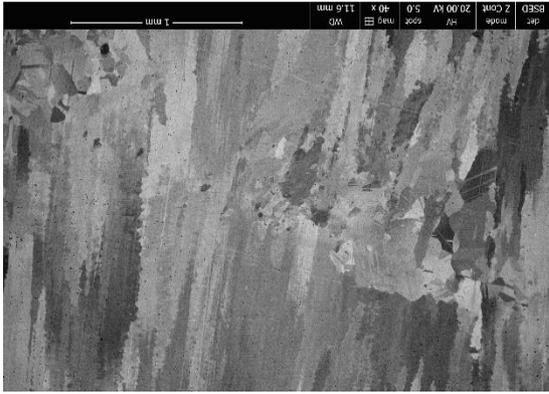
La structure et morphologie des inclusions est complexe, mais il est proche pour les autres procédés, caractérisant l'inertage de chaque procédé.

## Annexe 2 - Traitement thermique des zones équiaxes

Dans cette partie l'analyse EBSD des zones équiaxes, traités thermiquement est présentée pour les procédés Arc/Fil et Laser/Poudre.

### Arc/Fil

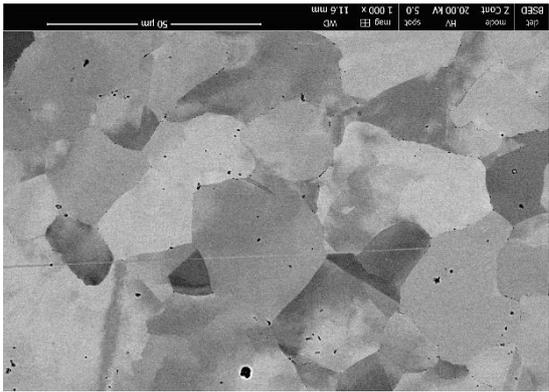
Suite au TT de 1200 °C 30' la croissance normale des grains débute aux interfaces entre les couches en position des zones aux grains équiaxes fines, comme le montre la **Figure 2**. En même temps les grains colonnaires restent stables et ne changent pas. Mais cette croissance n'est pas homogène, car certains grains sont retenus par les inclusions, les autres commencent à croître et avoir des nombreux macles de recuit à l'intérieur. Deux axes pentagonaux ont été trouvés à l'intérieur de cette zone. Il y a aucun signe de la précipité dans la position de l'axe, qui a été identifié par BSE ou EDS. Les escaliers sur les macles suite aux défauts d'empilement ont été trouvés proche de l'axe pour accommoder l'énergie élastique. Compensation de la distorsion par une déclinaison de 7,5° a été identifiée également. La taille des grains moyenne est de 37 μm. L'incidence des joints des grains maclés est de 45,5 %. La présence des inclusions dans la zone équiaxe fait penser au mécanisme de PSN de la recristallisation. Mais l'interface mobile est typique pour le deuxième mécanisme SIBM. Semble que les deux sont actifs en même temps.



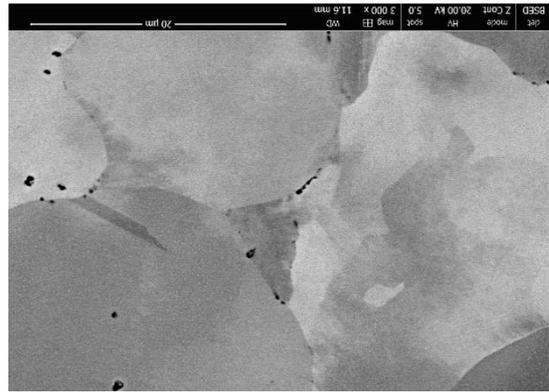
a)



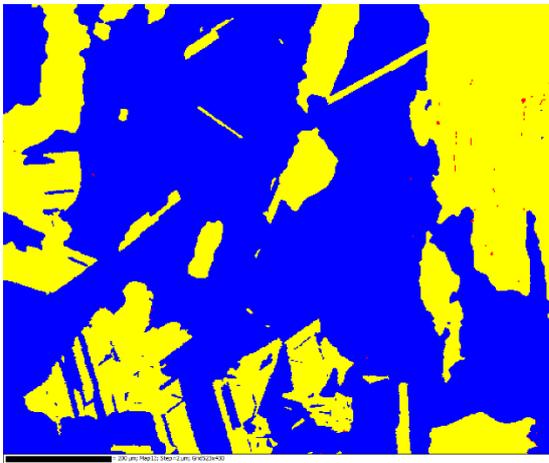
b)



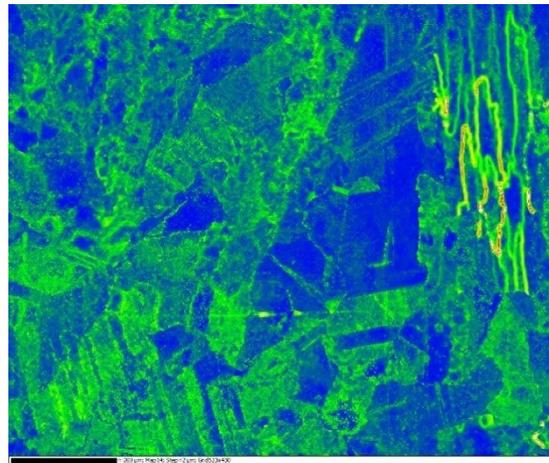
c)



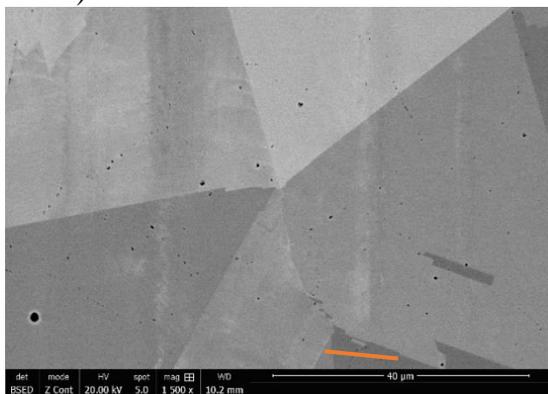
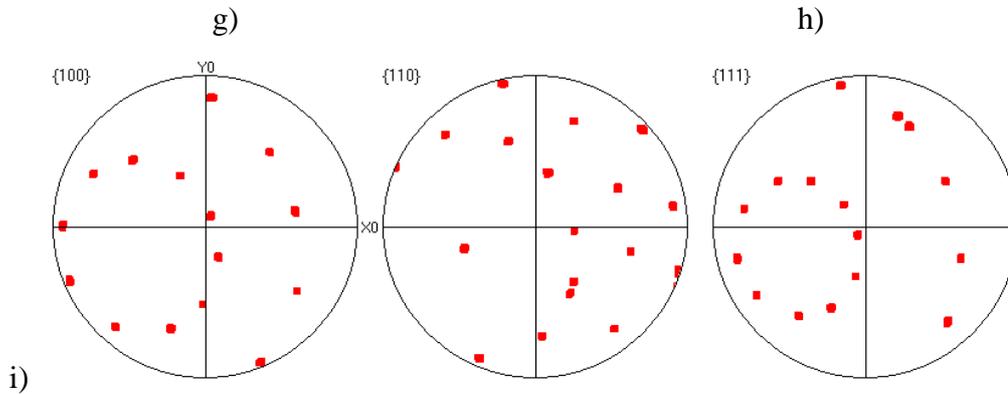
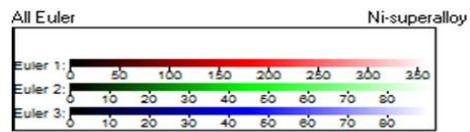
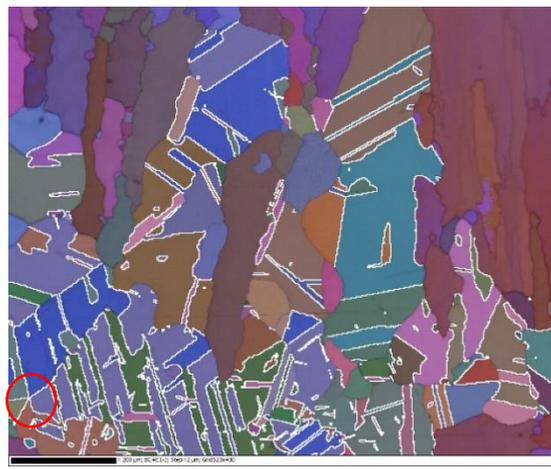
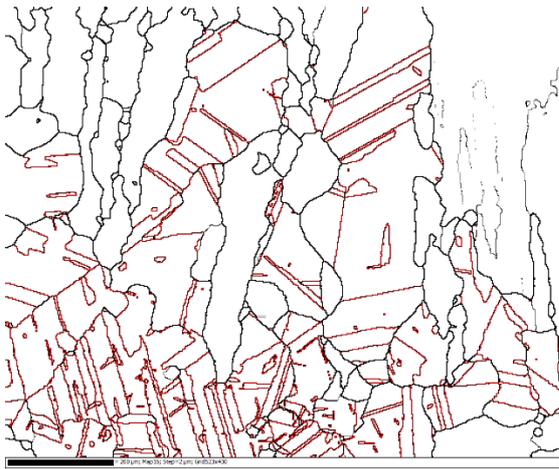
d)



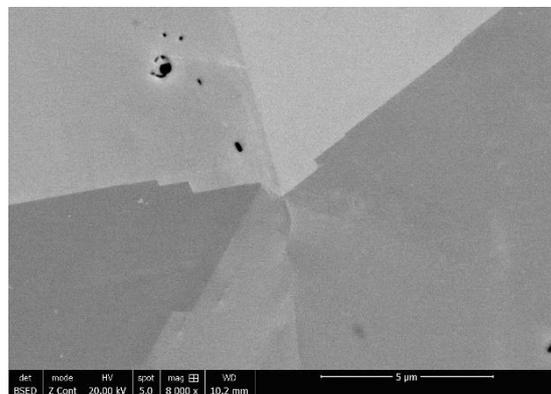
e)



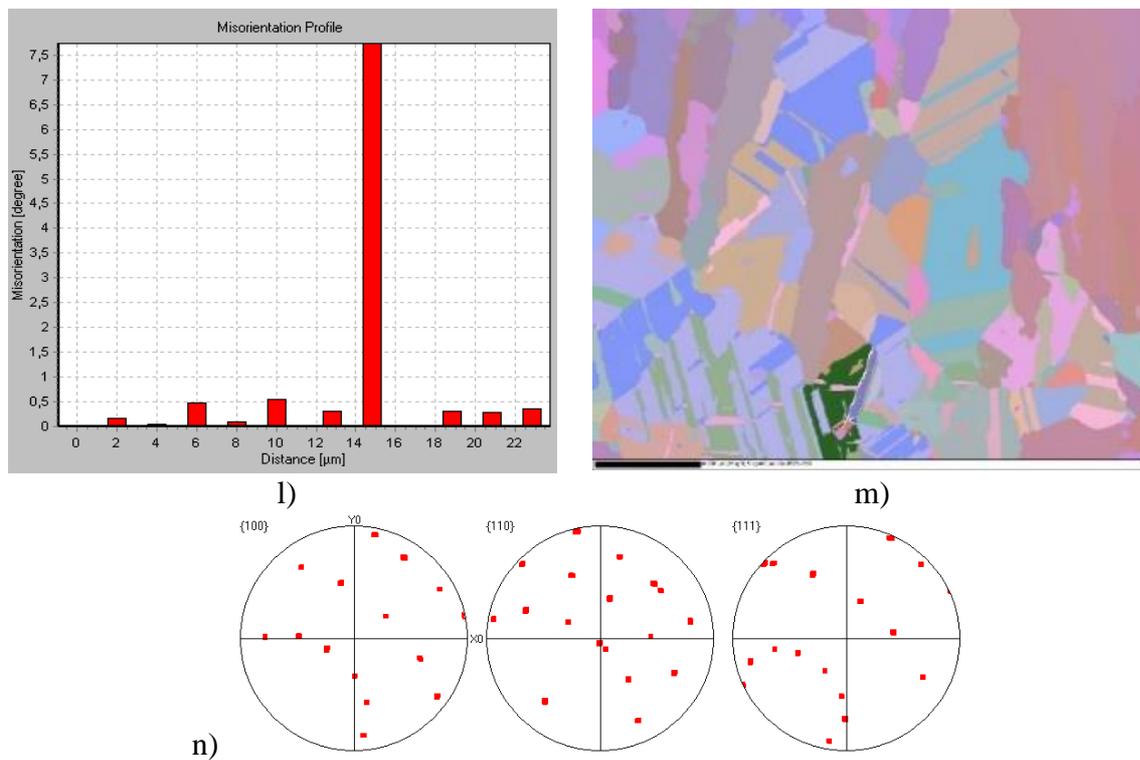
f)



j)



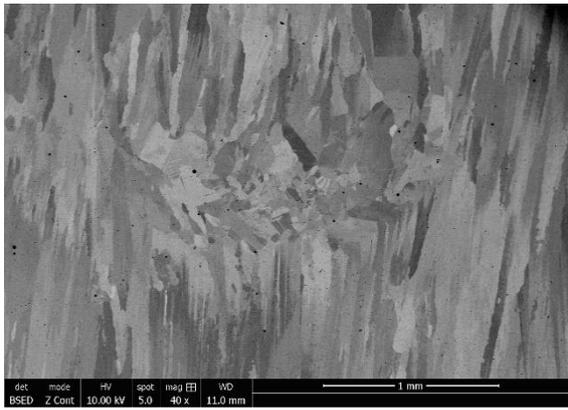
k)



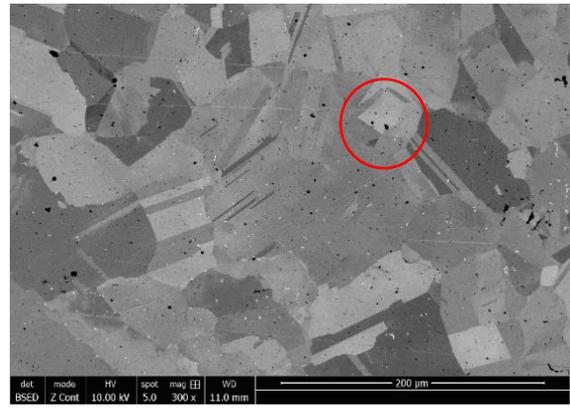
**Figure 2 :** Cartographie EBSD de la zone équiaxe traitée thermiquement dans le dépôt Arc/Fil : a, b) vue général ; c, d) zoom sur la microstructure ; e) carte EBSD des grains recristallisés en jaune ; f) carte EBSD de désorientation local ; g) carte EBSD des joints maclés ; h) carte EBSD en angles d'Euler avec l'axe pentagonal en cercle rouge ; i) figure de pôle de cet axe pentagonal ; j, k) zoom sur cet axe pentagonal ; l) profil angulaire de disclination de cet axe ; m) deuxième axe pentagonal ; n) figure de pôle de cet axe pentagonal.

### **Laser/Poudre**

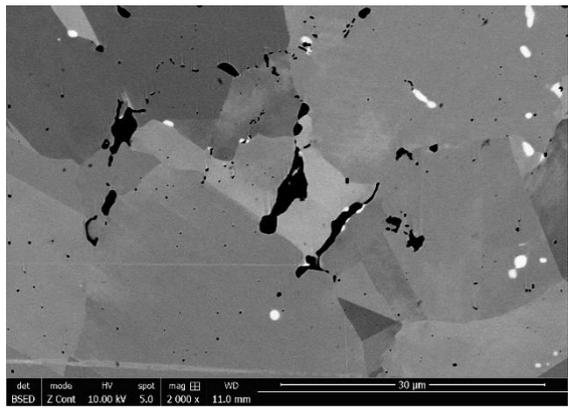
Suite à un traitement thermique de 1200 °C 30', on observe que dans la microstructure il y a des grains dendritiques colonnaires et quelques zones recristallisées à des endroits spécifiques. Presque aucune recristallisation n'a lieu dans les zones de grains colonnaires, mais elle commence à être active dans les zones équiaxes. Une partie des grains équiaxes est retenue par les inclusions, ayant une grande stabilité thermique, l'autre partie a tendance à recristalliser et à avoir des macles de recuit à l'intérieur des grains recristallisés. Les précipités interdendritiques secondaires (type carbures) sont toujours présents dans la microstructure, mais pas obligatoirement aux joints de grains. Plusieurs axes de symétrie pentagonaux peuvent être trouvés dans la zone recristallisée avec une relaxation par une disclination de 7,5°. La taille des grains est également augmentée par rapport à la microstructure solidifiée, de même que des macles de recuit sont visibles à l'intérieur des grains. La taille moyenne des grains dans la zone équiaxe traitée thermiquement est de 18,3 μm. L'incidence des joints maclés est de 51 %.



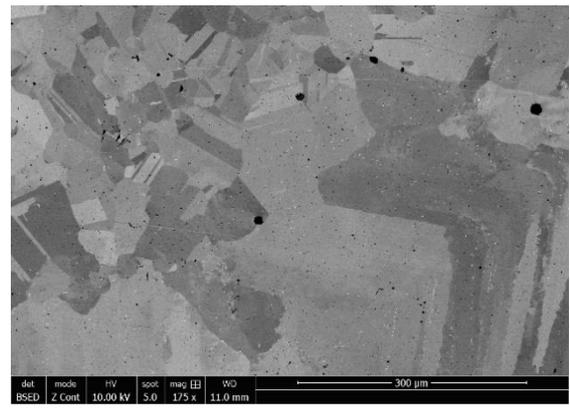
a)



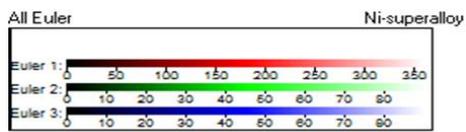
b)



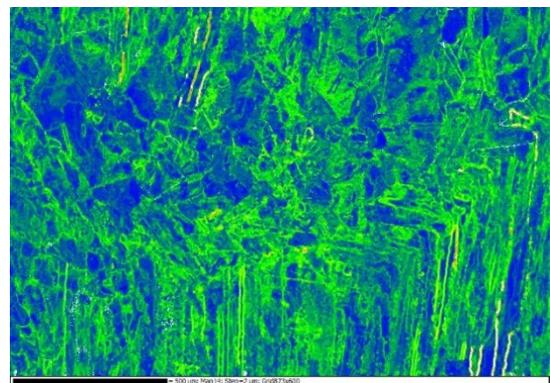
c)



d)



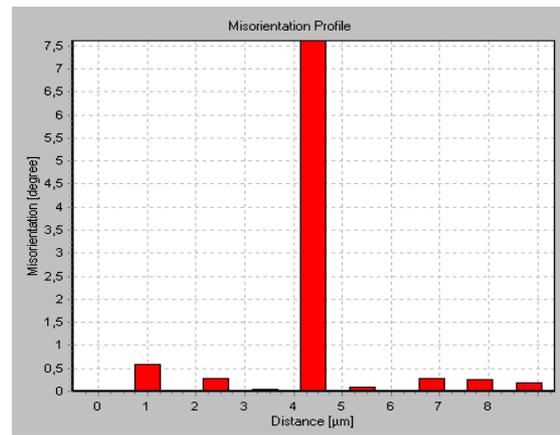
e)



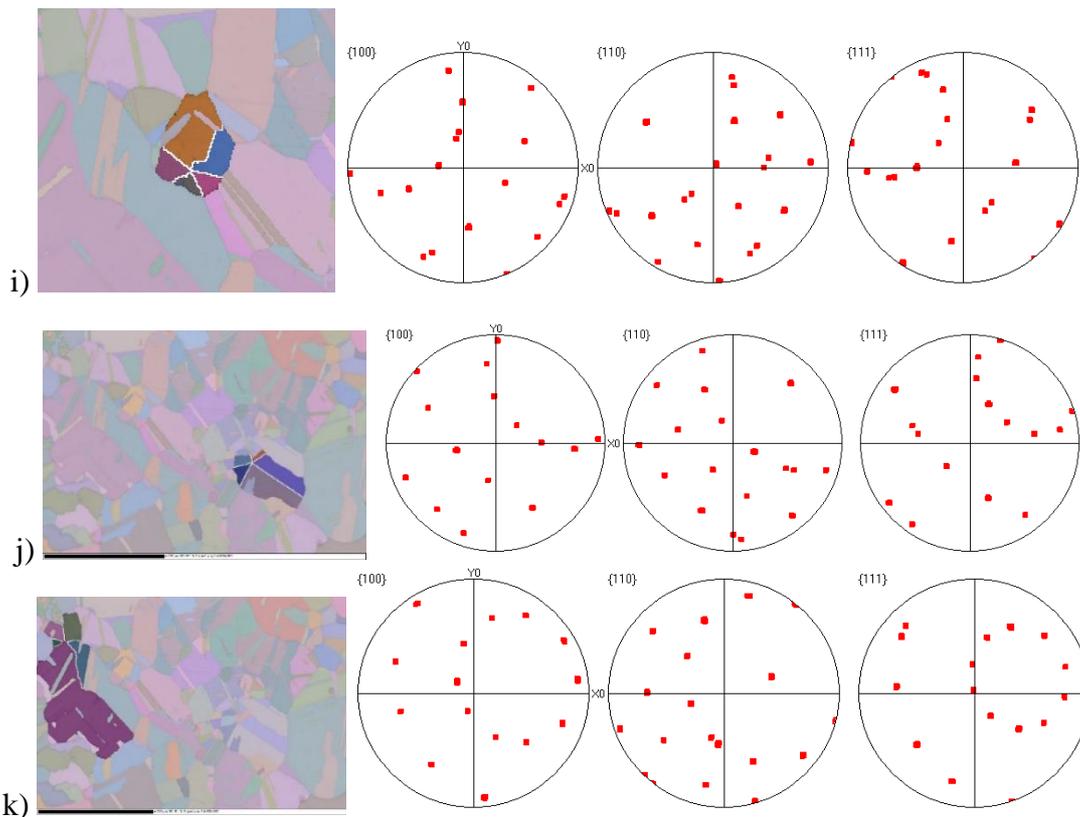
f)



g)



h)



i)

j)

k)

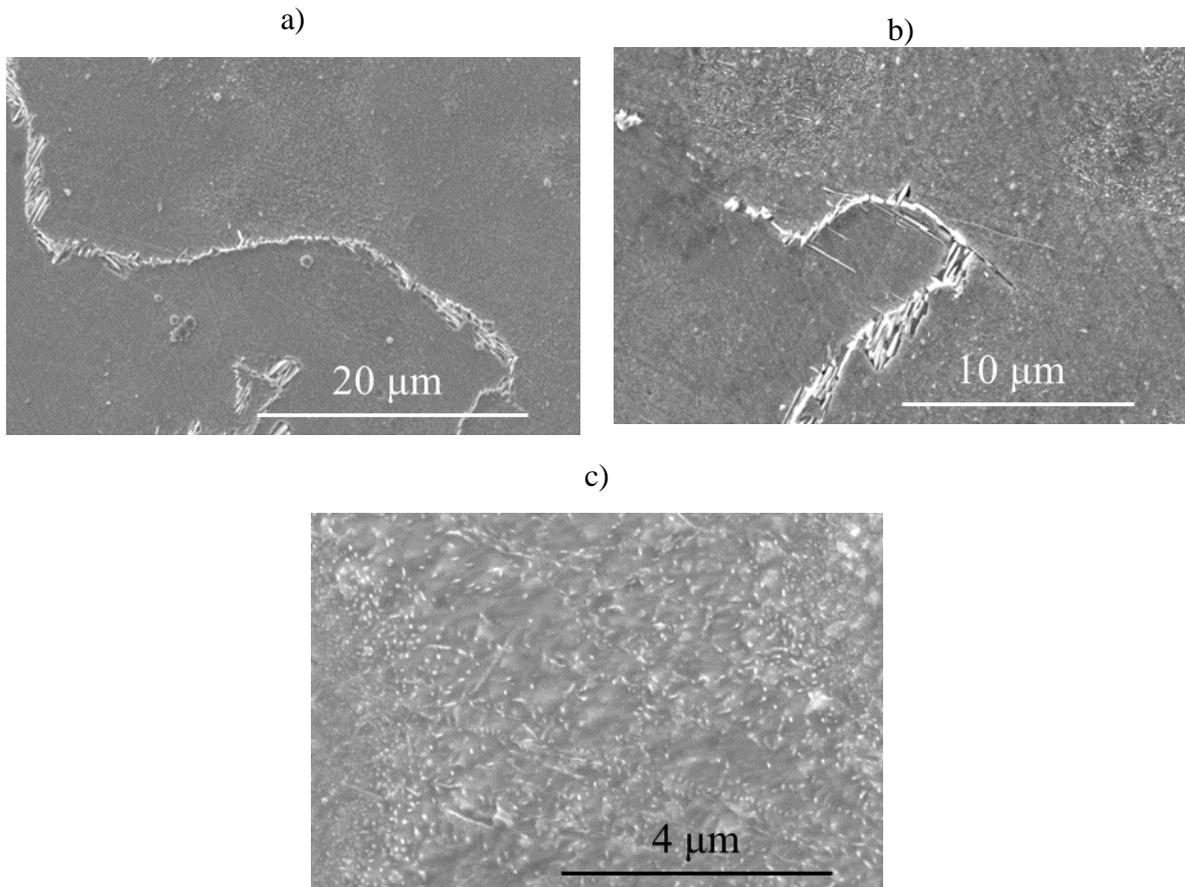
**Figure 3 :** Cartographie EBSD de la zone équiaxe traitée thermiquement dans le dépôt Laser/Poudre : a) vue générale ; b, c, d) zoom sur la microstructure avec un axe pentagonal en cercle rouge ; e) carte EBSD en angles d'Euler des joints maclés ; f) carte EBSD de désorientation local ; g) carte EBSD en angles d'Euler (zoom) des joints maclés avec un axe pentagonal en cercle rouge ; h) profil angulaire de disclination dans cet axe ; i) figure de pôle de cet axe pentagonal ; j) deuxième axe pentagonal ; k) troisième axe pentagonal.

La structure interne des zones équiaxes est proche entre les procédés , qui montre l'existence des maclés pentagonaux.

### Annexe 3 - Réponse au vieillissement de la jonction hybride

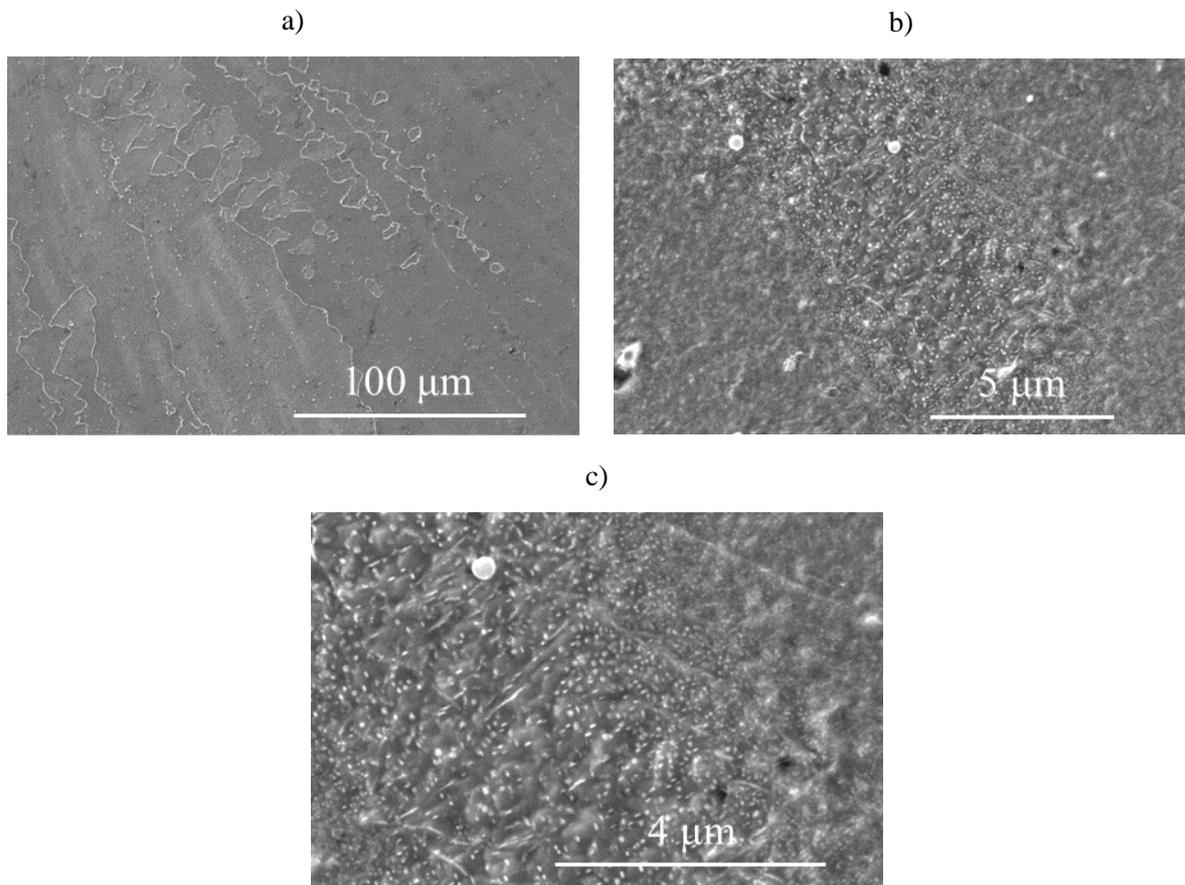
La partie Fil après 408h de vieillissement a les mêmes tendances que le dépôt Laser/Fil, décrit précédemment : inclusions, phase  $\delta$  et carbures  $M_{23}C_6$  aux joints des grains colonnaires **Figure 4 a, b**,

gradient des précipités de la phase  $\gamma''$  et des lamelles (chaines) de la phase  $\gamma''$  dans les cœurs des dendrites **Figure 4 c**.



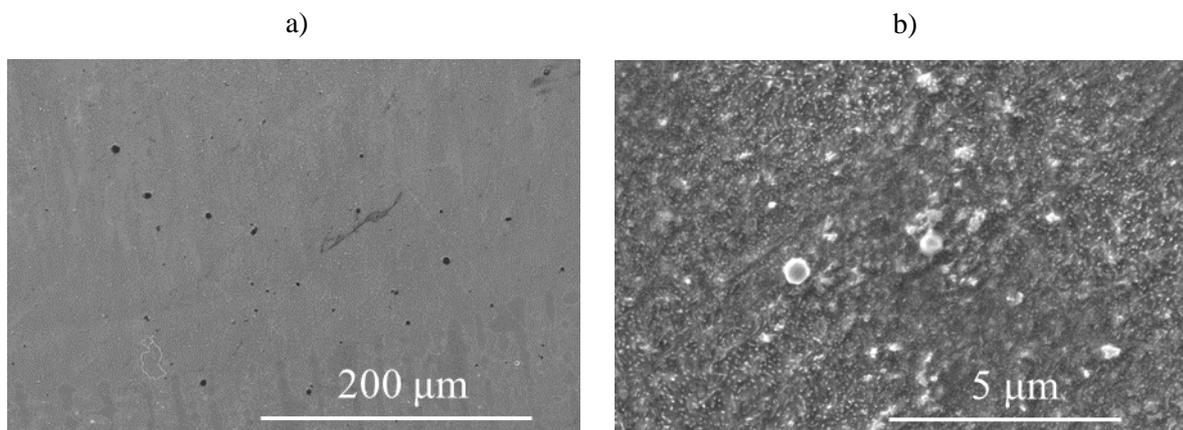
**Figure 4 :** Réponse au vieillissement de la partie Fil de la jonction hybride : a) vue général ; b) zoom sur un joint de grain ; c) précipités dans le cœur de dendrite.

**La partie poudre** de la jonction hybride montre une différence par rapport au dépôt Laser/Poudre compte tenu de la stratégie de lasage différente. La phase  $\delta$  et les carbures  $M_{23}C_6$  sont présents de façon continue aux joints des grains colonnaires ainsi que les inclusions colonnaires **Figure 5 a**. Le gradient de précipitation de la phase  $\gamma''$  est toujours présent **Figure 5 c**, par contre vu la finesse de la microstructure et donc les espacements dendritiques primaires plus petits il y a moins de lamelles (chaines) de la phase  $\gamma''$  dans les cœurs des dendrites et des plaquettes elliptiques de phase  $\gamma''$  peuvent être retrouvés au milieu du cœur de dendrite **Figure 5 b, c**.

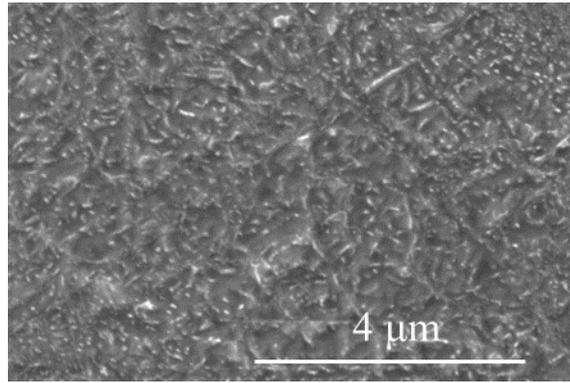


**Figure 5 :** Réponse au vieillissement de la partie Poudre de la jonction hybride : a) vue général ; b, c) précipités dans le cœur de dendrite.

**L'interface hybride** possède des grosses inclusions d'alumine et des carbonitrides, qui venaient de la partie Fil **Figure 6 a**. En revanche, la microstructure est plus homogène en terme de composition et donc en précipitation de  $\gamma''$  **Figure 6 b**. Le gradient de la taille des précipités peut être trouvé dans la microstructure, qui est cependant beaucoup plus homogène que dans les dépôts Laser/Fil et Laser/Poudre **Figure 6 c**.



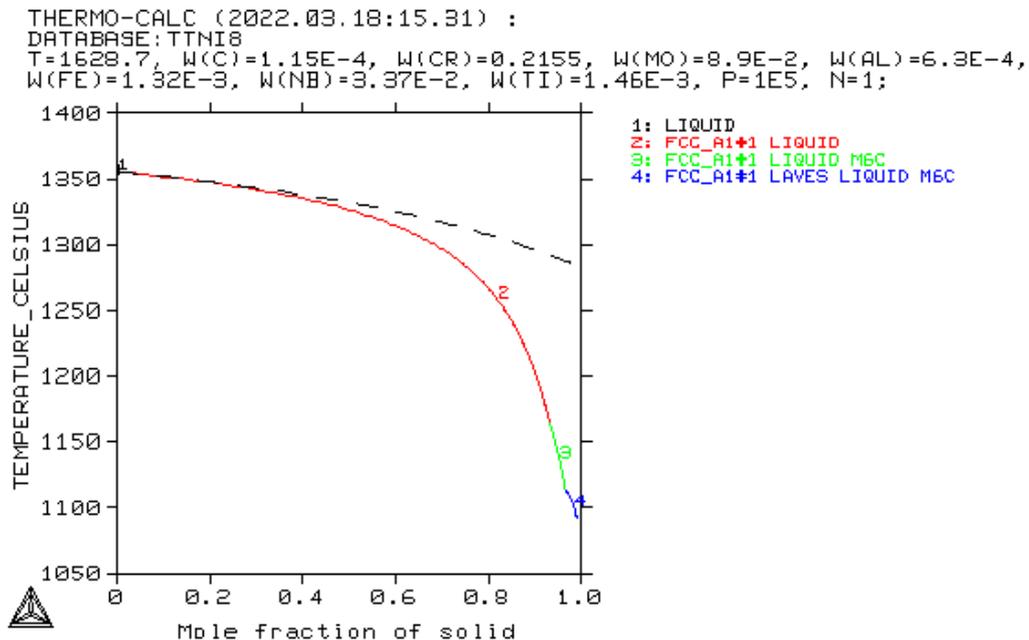
c)



**Figure 6 :** Réponse au vieillissement de l'interface hybride : a) vue général ; b) zoom sur l'interface Fil/Poudre ; c) précipités dans le cœur de dendrite.

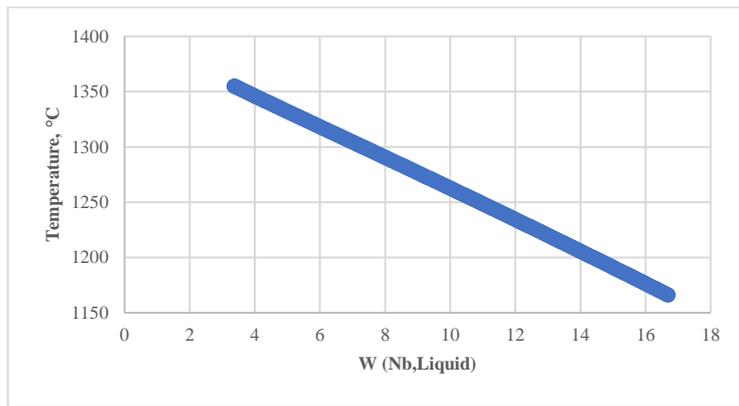
#### Annexe 4 – Simulations Thermo-Calc

Le résultat de la simulation Scheil dans le logiciel Thermo-Calc, en utilisant la base des données thermodynamique TTNI8 est montré sur la **Figure 7**. Elle donne 1356°C pour la température du liquidus et 1091°C pour la température du solidus, avec 265°C de l'intervalle de solidification. Il reste encore 10% de la phase liquide à 1200°C. Les phases de Laves se précipitent en dernier dans les espacements interdendritiques.



**Figure 7 :** Le résultat de la simulation Scheil dans le logiciel Thermo-Calc, en utilisant la base des données thermodynamique TTNI8.

Il y a une microségrégation intense, qui se produit, notamment pour le Nb : la fraction massique de Nb dans la phase liquide peut attendre 16,7 mass.% à la température de 1150 °C.



**Figure 8 :** La fraction massique de Nb dans la phase liquide lors de solidification Scheil.



## Résumé

Ce travail porte sur l'étude de l'établissement des structures et la caractérisation des propriétés mécaniques d'alliage d'Inconel 625 produites dans le cadre du projet PAM-PROD visant à réaliser des pièces de grande dimension par élaboration additive à grande vitesse. Trois techniques de dépôt sont étudiées : Arc/Fil, Laser/Fil et Laser/Poudre ainsi que la combinaison Laser/Fil et Laser/Poudre pour réalisation d'un mur hybride. Pour chaque procédé les macrostructures et microstructures sont caractérisées. Les procédés Arc/Fil et Laser/Poudre utilisés conduisent à une macrostructure mixte colonnaire équiaxe. Le procédé Laser/Fil conduit à des structures majoritairement colonnaires. Des mécanismes de formation des structures et transitions colonnaires/équiaxes sont proposés. Ces mécanismes sont alors repris et complétés pour interpréter la formation de la zone de transition dans le cas d'un mur hybride Laser Fil/Poudre. La réponse au traitement thermique de mise en solution et vieillissement est ensuite présentée en détaillant et comparant les cinétiques et mécanismes propres à chaque procédé. Les propriétés mécaniques en traction suivant 3 directions sont alors caractérisées et reliées aux structures. Pour l'ensemble des procédés une grande reproductibilité est obtenue et aucun procédé ne présente de caractère fragile. Les meilleures propriétés sont obtenues avec le procédé Laser/Poudre et le test de la jonction hybride montre que la zone de transition ne présente pas un point faible dans la structure.

Mots-clés : fabrication additive hybride, alliage base nickel, microstructure, solidification, transitions, traitements thermiques, propriétés mécaniques

## Abstract

This work focuses on the establishment of microstructures and the characterization of the mechanical properties of Inconel 625 alloy produced as part of the PAM-PROD project aimed at producing large parts using high deposition rate additive manufacturing. Three deposition techniques are being studied: Arc/Wire, Laser/Wire and Laser/Powder, as well as a combination of Laser/Wire and Laser/Powder to produce a hybrid wall. Macrostructures and microstructures are characterized for each process. The Arc/Wire and Laser/Powder processes used lead to a mixed columnar - equiaxed macrostructure. The Laser/Wire process leads to predominantly columnar structures. Mechanisms for the formation of columnar/equiaxed structures and transitions are proposed. These mechanisms are then taken up and completed to interpret the formation of the transition zone in the case of a hybrid Laser Wire/Powder wall. The response to solution heat treatment and ageing is then presented by detailing and comparing the kinetics and mechanisms specific to each process. The tensile mechanical properties along 3 directions are then characterized and related to the structures. For all the processes, a high degree of reproducibility is obtained and none of the processes has brittle character. The best properties were obtained with the Laser/Powder process, and the hybrid junction test showed that the transition zone was not a weak point in the structure.

Keywords: hybrid additive manufacturing, Ni base alloy, solidification, microstructure, transitions, heat treatments, mechanical properties