



**HAL**  
open science

# Fabrication additive par procédé arc-fil : élaboration et caractérisation en fatigue de pièces en acier 316L et alliage de titane TA6V

Christophe Hacquard

## ► To cite this version:

Christophe Hacquard. Fabrication additive par procédé arc-fil : élaboration et caractérisation en fatigue de pièces en acier 316L et alliage de titane TA6V. Mécanique [physics]. Université de Montpellier, 2022. Français. NNT : 2022UMONS028 . tel-04332276

**HAL Id: tel-04332276**

**<https://theses.hal.science/tel-04332276v1>**

Submitted on 8 Dec 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.

# THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

En Spécialité Mécanique et Génie Civil

École doctorale n°166, Information Structures Systèmes (I2S)

Unité de recherche LMGC – UMR 5508

## Fabrication additive par procédé arc-fil : élaboration et caractérisation en fatigue de pièces en acier 316L et alliage de titane TA6V

Présentée par Christophe HACQUARD  
Le 24/06/2022

Sous la direction de Frédéric DESCHAUX-BEAUME  
Fabien SOULIE, Jean-Michel MURACCIOLE et Bertrand WATTRISSE

Devant le jury composé de

Nicolas SAINTIER, Professeur, Arts et Métiers ParisTech (ENSAM)

Denis DELAGNES, Professeur, Ecole Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carnaux (IMT)

Marie-Laetitia PASTOR, Maître de Conférences, Institut Universitaire Technologique de Tarbes

Joël ALEXIS, Professeur, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes (INP)

Frédéric DESCHAUX-BEAUME, Professeur, Université de Montpellier (LMGC)

Fabien SOULIE, Maître de Conférences, Université de Montpellier (LMGC)

Jean-Michel MURACCIOLE, Maître de Conférences, Université de Montpellier (LMGC)

Bertrand WATTRISSE, Professeur, Université de Montpellier (LMGC)

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Directeur

Co-directeur

Co-directeur

Encadrant



UNIVERSITÉ  
DE MONTPELLIER



# REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en premier lieu Frédéric, mon maître de thèse qui m'a accordé sa confiance pour intégrer le laboratoire. Je te remercie pour ton accompagnement constant, pour tes conseils et les connaissances que tu m'as transmises.

Je remercie l'ensemble de l'équipe encadrante, Fabien et Jean-Michel pour vos conseils et accompagnements à l'atelier ou au laboratoire, Bertrand pour le partage patient de tes connaissances sur la caractérisation thermomécanique, et Cyril pour celui concernant tes connaissances en programmation, robotique et interfaces matériels. Je me souviendrai également de nos courses dans la garrigue nîmoise !

Je remercie l'ensemble des partenaires du projet MACCADAM pour le travail et les échanges scientifiques partagés, en particulier Mehdi et Yannick.

Plus globalement je remercie le personnel du LMGC pour son accueil, dont l'équipe A.S (merci les gars !), Stéphane, Roxane, Annarella, Cyril et Rémi. Je remercie celui de l'atelier, entre autres pour nos bonnes discussions, et Gille pour ton travail conséquent sur ma thèse ! Merci également au personnel de l'école doctorale, permettant la réalisation des thèses au sein de l'UM.

Je remercie le personnel de l'IUT où j'ai passé une bonne partie de mon temps. Outre les discussions et franches rigolades, merci à Greg et Kevin pour vos aides efficaces à l'atelier.

Merci également à tous ceux que j'ai croisés au fil de cette thèse, en particulier mes compagnons de route Camille, Nicolas, Lucas et Walid avec qui j'ai tant discuté !

Et pour terminer, merci à ma famille qui m'a accompagné lors de cette aventure, en particulier à ma mémère (tu vois j'y suis !) et à ~~mon amie~~ ma femme.



# PLAN DU MEMOIRE

<b>NOTATIONS</b> .....	9
<b>INTRODUCTION</b> .....	11
<b>CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET OBJECTIFS</b> .....	14
<b>1 Procédés de soudage et de fabrication additive</b> .....	15
1.1 Généralités sur la fabrication additive.....	15
1.2 Soudage à l'arc.....	15
1.2.1 Généralités.....	15
1.2.2 Le procédé MIG/MAG.....	16
1.2.3 Le procédé CMT.....	16
1.3 Géométrie des dépôts.....	17
1.3.1 Influence des paramètres du procédé.....	17
1.3.2 Influence de la stratégie de dépôt.....	18
1.4 Physique du procédé et conséquences.....	18
<b>2 Microstructures de solidification et évolutions en phase solide</b> .....	19
2.1 Solidification.....	19
2.1.1 Surfusion, nucléation et croissance.....	19
2.1.2 Solidification en soudage et fabrication additive.....	21
2.2 Evolutions en phase solide.....	23
2.3 Cas du 316L.....	24
2.3.1 Phases, microstructures de soudage et évolutions en phase solide.....	24
2.3.2 Particularités de la FA et du WAAM.....	26
2.3.3 Défauts observés.....	27
2.4 Cas du TA6V.....	28
2.4.1 Phases, microstructures de soudage et évolutions en phase solide.....	28
2.4.2 Particularités de la FA et du WAAM.....	30
2.4.3 Défauts observés.....	31
<b>3 Structure, cristallographie et endommagement</b> .....	32
3.1 Cristallographie.....	32
3.1.1 Elasticité.....	32
3.1.2 Plasticité et glissements.....	32
3.2 Endommagement et phénomène de fatigue.....	34
3.2.1 Les types d'endommagement.....	34
3.2.2 Généralités sur la fatigue.....	34
3.2.3 Les stades de la fatigue.....	35
3.2.4 Comportements en cyclage et modes de sollicitation.....	37

3.3	Cas des aciers inoxydables austénitiques et du 316L.....	38
3.3.1	Déformation et systèmes de glissement .....	38
3.3.2	Comportement en traction et en fatigue .....	39
3.4	Cas des alliages de titane $\alpha + \beta$ et du TA6V .....	42
3.4.1	Déformation et systèmes de glissement .....	42
3.4.2	Comportement en traction et fatigue .....	43
<b>4</b>	<b>Approche énergétique</b> .....	<b>47</b>
4.1	Evolution de la température .....	47
4.2	Energie dissipée .....	48
4.3	Energie thermo-élastique.....	50
4.4	Energie de déformation .....	50
4.5	Energie stockée.....	51
4.6	Rôle des paramètres microstructuraux .....	52
<b>5</b>	<b>Synthèse bibliographique et objectifs de la thèse</b> .....	<b>52</b>
<b>CHAPITRE II. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX ET FABRICATION DES</b>		
<b>EPROUVETTES</b> .....		
		<b>56</b>
<b>1</b>	<b>Dispositifs expérimentaux</b> .....	<b>57</b>
1.1	Plateforme de fabrication additive.....	57
1.2	Géométrie des bruts et montage.....	57
1.3	Système d'inertage.....	59
1.4	Instrumentation du procédé.....	60
1.5	Techniques de caractérisation des matériaux.....	62
<b>2</b>	<b>Matériaux et gaz de protection</b> .....	<b>62</b>
2.1	316L.....	62
2.2	TA6V .....	63
<b>3</b>	<b>Choix des conditions de fabrication des éprouvettes</b> .....	<b>63</b>
3.1	Stratégies de fabrication .....	63
3.2	Paramètres de fabrication .....	64
3.2.1	316L.....	64
3.2.2	TA6V.....	65
<b>4</b>	<b>Analyses des conditions de fabrication</b> .....	<b>66</b>
4.1	Analyse de l'apport énergétique .....	66
4.1.1	316L.....	66
4.1.2	TA6V.....	68
4.2	Analyse des cycles thermiques .....	69
4.2.1	316L.....	69
4.2.2	TA6V.....	71
4.3	Contours du bain de fusion .....	73

4.3.1	316L.....	73
4.3.2	TA6V.....	75
4.4	Remarques sur l'oxydation .....	75
<b>5</b>	<b>Caractérisation morphologique .....</b>	<b>76</b>
5.1	Murs en 316L .....	76
5.2	Murs en TA6V .....	78
<b>6</b>	<b>Conclusion du chapitre .....</b>	<b>79</b>
	<b>CHAPITRE III. CARACTERISATION METALLURGIQUE ET SOLIDIFICATION .....</b>	<b>82</b>
<b>1</b>	<b>Caractérisation métallurgique .....</b>	<b>83</b>
1.1	316L.....	83
1.1.1	Macrostructure.....	83
1.1.2	Microstructure.....	85
1.1.3	Mesure du taux de ferrite .....	90
1.1.4	Effet des traitements thermiques.....	91
1.1.5	Défauts.....	92
1.2	TA6V.....	93
1.2.1	Macrostructure.....	93
1.2.2	Microstructure.....	94
1.2.3	Effets des traitements thermiques .....	95
1.2.4	Défauts.....	97
<b>2</b>	<b>Solidification et maintien en température.....</b>	<b>97</b>
2.1	316L.....	97
2.1.1	Mode de solidification attendu .....	97
2.1.2	Détermination de la zone de liaison .....	98
2.1.3	Simulation du procédé .....	99
2.1.4	Morphologies et orientations des grains.....	101
2.2	TA6V.....	104
2.2.1	Morphologies et orientations des grains.....	104
2.2.2	Effet du réchauffage, maintien en température et traitement thermique.....	105
<b>3</b>	<b>Conclusion du chapitre .....</b>	<b>106</b>
	<b>CHAPITRE IV. CARACTERISATION THERMOMECHANIQUE.....</b>	<b>110</b>
<b>1</b>	<b>Caractérisation du comportement thermomécanique.....</b>	<b>111</b>
1.1	Dispositif expérimental .....	111
1.1.1	Présentation générale .....	111
1.1.2	Imagerie cinématique .....	111
1.1.3	Imagerie thermique.....	113
1.2	Traitement des données .....	115
1.2.1	Synchronisation temporelle.....	115



1.2.2	Recalage spatial .....	117
1.2.3	Traitement des données IR .....	117
1.3	Calcul des sources.....	118
1.3.1	Equation de la chaleur.....	118
1.3.2	Simplification de l'équation .....	119
1.3.3	Séparation des sources .....	120
1.4	Bilans énergétiques .....	123
1.5	Choix des paramètres de lissage.....	124
1.5.1	Cas des essais monotones.....	124
1.5.2	Cas des essais cyclés .....	127
<b>2</b>	<b>Choix des jeux de paramètres.....</b>	<b>127</b>
2.1	316L.....	128
2.2	TA6V.....	128
<b>3</b>	<b>Caractérisation thermo-mécanique du 316L.....</b>	<b>128</b>
3.1	Traction.....	129
3.1.1	Comportement macroscopique .....	129
3.1.2	Comportements locaux.....	132
3.1.3	Analyses .....	135
3.2	Cyclage par paliers.....	140
3.2.1	Estimation rapide des limites d'endurance par « auto-échauffement » .....	140
3.2.2	Résultats thermomécaniques .....	141
3.2.3	Analyses .....	144
3.3	Fatigue .....	144
3.3.1	Résultats .....	145
3.3.2	Analyses.....	149
<b>4</b>	<b>Caractérisation thermo-mécanique du TA6V.....</b>	<b>151</b>
4.1	Traction.....	152
4.1.1	Comportement macroscopique .....	152
4.1.2	Comportements locaux.....	154
4.1.3	Analyses.....	159
4.2	Cyclage par paliers.....	161
4.2.1	Estimation rapide des limites d'endurance par « auto-échauffement » .....	161
4.2.2	Résultats thermomécaniques .....	162
4.2.3	Analyses.....	163
4.3	Fatigue .....	164
4.3.1	Résultats .....	164
4.3.2	Analyses.....	169
<b>5</b>	<b>Conclusion du chapitre .....</b>	<b>169</b>

<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES</b> .....	172
<b>ANNEXES</b> .....	177
1 Annexe : Présentation du matériel de caractérisation métallurgique .....	177
2 Annexe : Micrographie d'une coupe transversale d'un mur Type-P2-inerté, zoomé .....	178
3 Annexe : Détermination des constantes de temps thermiques.....	179
Références.....	181
Tables des figures.....	194

# NOTATIONS

## Opérateurs

$\cdot$	<i>notation générale de la dérivation temporelle</i>
$\sim$	<i>notation générale de la moyenne</i>

## Energies et puissances

$w_a(t)$	énergie volumique $a$ cumulée depuis le début du test
$\widetilde{w}_a$	énergie volumique $a$ par cycle
$\dot{w}_a$	puissance volumique $a$
$s$	source totale volumique
$s_{the}$	source thermoélastique volumique
$d_1$	dissipation intrinsèque volumique
$\widetilde{d}_1$	dissipation intrinsèque volumique moyenne par cycle

## Abréviations et sigles

AFM	Atomic Force Microscope
ANR	Association Nationale de la Recherche
ASTM	American Society for Testing and Materials
BG(P)	Bande de glissement (permanente)
CC	structure cristallographique « Cubique Centrée »
CCD	dénomination d'un type de caméra numérique
CET	Transition Colonnaire vers Equiaxe
CFC	structure cristallographique « Cubique Centrée »
CIN	Corrélation d'Images Numériques
CMT	nom commercial du procédé MIG/MAG de Fronius, le « Cold Metal Transfert »
DED	Direct Energy Deposition
FA	Fabrication Additive
GND	Geometrical Necessary Dislocations : type de dislocation « géométriquement nécessaire »
HIP	procédé de traitement matériau « Hot Isostatic Pressure »
GMAW	procédé de soudage « Gas Metal Arc Welding », équivalent au <i>MIG/MAG</i>
HC	structure cristallographique « Hexagonale Compact »
HCF	domaine de fatigue « High Cycle Fatigue »
LCF	domaine de fatigue « Low Cycle Fatigue »
LMGC	Laboratoire de Mécanique et Génie Civil
LDW	nom générique du procédé de projection de poudre « Laser Deposition Welded »
LPBF	Laser Powder Bed Fusion
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique à Transmission
MIG / MAG	procédé de soudage à l'arc « Metal Inert Gas » - « Metal Active Gas » identique au « <i>GMAW</i> »
MMPDS	Metallic Materials Properties Development and Standardization
MO	Microscope Optique
PBF	Powder Bed Fusion
PG	Plan de Glissement
SDAS	bras secondaire de dendrites, « Secondary Dendrite Arm Spacing »
TIG	procédé de soudage à l'arc « Tungsten Inert Gas »
TTH	Traitement Thermique

VHCF	domaine de fatigue « Very High Cycle Fatigue »
WAAM	procédé de fabrication additive « Wire Arc Additive Manufacturing »
ZAT	Zone Affectée Thermiquement
316 (L)	variété d'acier inoxydable austénitique (L pour « <i>Low carbon</i> »)
304 (L)	variété d'acier inoxydable austénitique (L pour « <i>Low carbon</i> »)

# INTRODUCTION

La fabrication additive est une méthode de fabrication par ajout successif de couches de matière, de manière à atteindre au plus près la forme souhaitée. C'est une alternative aux méthodes traditionnelles de fabrication de pièces métalliques, utilisées seules ou combinées, telles que le forgeage, l'usinage ou le moulage. Ces techniques s'appuient sur des décennies d'expériences, apportant ainsi une confiance forte quant à leur utilisation, s'accompagnant de la disponibilité de nombreuses normes validées.

La fabrication additive, dite *FA*, présente comme toute technologie des avantages et des inconvénients qui lui sont propres [1]. En terme d'avantages, on citera entre autres la capacité à économiser de la matière, contrairement à l'usinage d'un bloc de matière, méthode extractive, transformant une partie de la matière en copeaux. Sur de larges pièces aéronautiques en alliages de titane, le ratio quantité de matière initiale sur matière composant finalement la pièce peut être divisé par dix grâce à la fabrication additive [2]. On peut citer également la possible réduction du temps d'obtention d'une pièce lorsque la matière et la plateforme de fabrication additive sont disponibles, alors que l'usinage nécessitera la réception d'un bloc de matière forgée, dépendant de l'approvisionnement du fournisseur.

La fabrication additive permet également la conception de pièces de géométries complexes non réalisables par les techniques conventionnelles. Un travail de conception sur la topologie de la pièce permet d'assurer une densité de matière suffisante en zones contraintes, et un évidement en zones moins sollicitées, permettant un allègement de la pièce.

Un inconvénient principal de cette technologie est inhérent à sa jeunesse. Le manque de retour d'expériences et d'applications antérieures freinent son utilisation. L'industrie du médical a fourni les efforts permettant d'obtenir assez de confiance pour son utilisation en série [3][4]. D'autres industries, telles que le nucléaire ou l'aéronautique, dont les conséquences d'une avarie peuvent être lourdes, nécessitent encore des travaux pour valider l'utilisation massive de ces procédés. Les avantages cités ci-dessus sont sources de motivation.

En particulier, les propriétés mécaniques doivent convenir aux applications et être reproductibles. Sans normes, les processus de qualification sont longs et au cas par cas [5]. De nouvelles normes sont en cours d'élaboration telles celles du comité technique ISO/TC 261. Elles sont souvent spécifiques au matériau ou au procédé utilisé. Dans ce contexte varié, des travaux de recherche permettant de participer au développement et à la connaissance des matériaux issus de ces technologies sont nécessaires.

Le procédé utilisé dans ces travaux est le procédé arc-fil, dont l'acronyme anglais est *WAAM* pour « *Wire-Arc-Additive-Manufacturing* ». Au sein de la fabrication additive, c'est un procédé permettant la production de pièces de grandes dimensions, grâce à son haut taux de dépôt. Le cœur de ce procédé est une technologie de soudage, et la variante commerciale *CMT*, « *cold metal transfert* », est choisie pour réaliser l'étude. Le premier matériau employé est la nuance d'acier inoxydable austénitique *316L*. Comme tout acier inoxydable, il est utilisé pour sa bonne tenue à la corrosion, et présente également des propriétés mécaniques intéressantes permettant son utilisation massive dans les industries parapétrolière et chimique, ainsi que celle du nucléaire. Le second matériau d'étude est l'alliage de titane *TA6V*. Il est notamment utilisé dans l'industrie aéronautique en raison de ses bonnes propriétés mécaniques, ou encore dans la pétrochimie en raison de ses propriétés en corrosion.

**La mise en place de cette thèse a été motivée par le souhait de compréhension des impacts du procédé sur les microstructures des matériaux fabriqués, et leurs liens avec les propriétés mécaniques. En particulier dans le domaine de la fatigue, les phénomènes d'initiation peu documentés dans la littérature seront plus particulièrement abordés.**

Le *LMGC* s'est équipé d'une plateforme de fabrication additive *WAAM-CMT* permettant la réalisation de pièces et éprouvettes selon la définition souhaitée. Le laboratoire dispose également d'une expérience dans le domaine de la caractérisation. Des travaux menés depuis la fin des années 1990 ont permis la maîtrise d'un protocole d'étude calorimétrique des mécanismes de déformation observés sous sollicitation mécanique. Ces deux volets forment le contexte d'études et de moyens de cette thèse qui

s'inscrit dans le projet *ANR MACCADAM*, acronyme de « Matériaux à caractéristiques contrôlées élaborés par fabrication additive arc-métal ». Ce projet *ANR* implique aussi l'*ICA*, Institut Clément Ader d'Albi, et le *LGP*, Laboratoire de Génie de Production de l'*ENI* de Tarbes qui travaillent en particulier sur la caractérisation microstructurale, le *CEMEF*, Centre de Mise en Forme des Matériaux de Sophia-Antipolis qui dans le cadre d'une autre thèse du projet travaille sur la modélisation du procédé, et la société *Polyshape*, aujourd'hui intégrée au groupe *AddUp*, spécialisée en fabrication additive.

Le manuscrit est composé de quatre chapitres.

Le premier consiste en une étude bibliographique. Elle présente en premier lieu les procédés de soudage et de fabrication additive, et plus particulièrement le *WAAM*, puis y est abordé l'influence des jeux de paramètres sur la géométrie des dépôts. Elle traite ensuite de la solidification des alliages métalliques, des microstructures obtenues et de leurs évolutions en phase solide, particulièrement pour nos deux matériaux d'étude en conditions de fabrication additive. L'endommagement de ces matériaux, dont celui de fatigue, est ensuite discuté sous l'aspect cristallographique. Enfin, l'approche énergétique de ces phénomènes d'endommagement est présentée, mettant en valeur l'intérêt de l'étude de la dissipation intrinsèque.

La synthèse bibliographique est présentée en clôture de ce chapitre, avec les objectifs de cette thèse, ainsi que le plan des travaux de recherche.

Le second chapitre présente le dispositif expérimental mis en œuvre pour fabriquer et caractériser les matériaux produits lors de cette thèse. Les jeux de paramètres soudage sont détaillés, et leurs conséquences sur les conditions de fabrication ainsi que sur les morphologies obtenues sont présentées.

Le troisième chapitre présente les macrostructures et microstructures qui constituent les pièces fabriquées. Des explications quant à la formation de ces structures, lors de leurs solidifications puis lors de leurs transformations en phase solide, sont également proposées et tentent de faire le lien avec les jeux de paramètres procédés mis en œuvre.

Le quatrième chapitre présente les caractérisations mécaniques des éprouvettes issues des pièces fabriquées. Après avoir présenté les détails des protocoles d'essais de traction, de cyclage par paliers et de fatigue, ainsi que le traitement des données permettant notamment l'accès à la dissipation intrinsèque, les résultats thermomécaniques sont présentés pour les deux familles de matériaux. Des analyses métallurgiques sont également réalisées afin de faire le lien entre comportement et microstructures.



# **CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET OBJECTIFS**

*Ce premier chapitre bibliographique présente l'état des connaissances actuelles dans les différents domaines de recherche qui seront abordés dans le cadre de cette thèse.*

*La première partie de ce chapitre présente la fabrication additive et les particularités du procédé WAAM, en particulier le cœur de sa technologie, le soudage à l'arc. Elle décrit également quelques paramètres clés du procédé influant sur la géométrie du dépôt et les phénomènes thermiques.*

*Ces derniers ont un impact sur la solidification rapide, qui est traitée dans la seconde partie du chapitre. Elle est l'une des causes des microstructures particulières obtenues en fabrication additive, qui dépendent également des cycles de réchauffages subis au cours de la fabrication, et des traitements thermiques ultérieurs. Les caractéristiques métallurgiques et microstructurales particulières des matériaux retenus dans cette étude sont également présentées.*

*La troisième partie décrit les propriétés mécaniques des matériaux étudiés, et l'influence des caractéristiques microstructurales et cristallographiques sur ce comportement, ainsi que les phénomènes d'endommagement. Les particularités des matériaux étudiés, l'acier 316L et l'alliage de titane TA6V, sont détaillées. Le phénomène de fatigue est ensuite présenté.*

*Enfin, la dernière partie présente l'approche énergétique qui sera utilisée pour caractériser le comportement mécanique des matériaux produits. Les méthodes d'analyse des sources de chaleur sont finalement décrites.*

*A la suite de ces éléments, les objectifs de la thèse sont définis, en prenant en compte le contexte de l'étude et les données issues de la bibliographie.*



# 1 Procédés de soudage et de fabrication additive

Cette première partie de la bibliographie décrit succinctement le principe de la fabrication additive, puis les procédés de soudage à l'arc utilisés en fabrication additive arc-fil, et en particulier le procédé MIG/MAG et sa variante CMT utilisée dans notre étude. Les principaux paramètres affectant la géométrie des dépôts, qui doit être maîtrisée afin de produire des pièces de qualité géométrique satisfaisante, sont ensuite présentés. Enfin, quelques éléments relatifs à la physique du procédé sont abordés, afin d'apporter des bases à la compréhension de la solidification en soudage, thème traité par la suite.

## 1.1 Généralités sur la fabrication additive

La fabrication additive (FA) est un terme générique désignant un procédé de réalisation de pièces par ajout de couches de matière les unes sur les autres. Ces matières peuvent entre autres être plastiques ou céramiques, et être appliquées à l'état fondu, pâteux ou solide. Dans notre cas, on étudie la fabrication additive métallique par fusion. Plusieurs technologies existent, reportées en Figure 1. Il est commun de séparer les technologies par fusion sur lit de poudre, *Power Bed Fusion (PBF)*, des technologies par dépôt direct, *Directed Energy Deposition (DED)*. Les technologies PBF permettent généralement l'obtention d'un niveau de détail plus fin, et un état de surface meilleur, permettant souvent une utilisation directe sans usinage [6]. Les procédés DED permettent d'augmenter la productivité par ajout de couches plus épaisses, au dépend de la finesse de définition. Avec ces procédés, de la matière est amenée à proximité de la surface de construction sous la forme d'un jet de poudre ou d'un fil, puis fondue à l'aide d'une source, généralement un laser ou un arc électrique.

La technologie DED utilisée dans ces travaux est le procédé arc-fil, dont l'acronyme anglais est WAAM pour *Wire Arc Additive Manufacturing*. Cette technologie est directement dérivée des procédés de soudage à l'arc, et plusieurs variantes existent selon le type de tête de soudage employée [1].

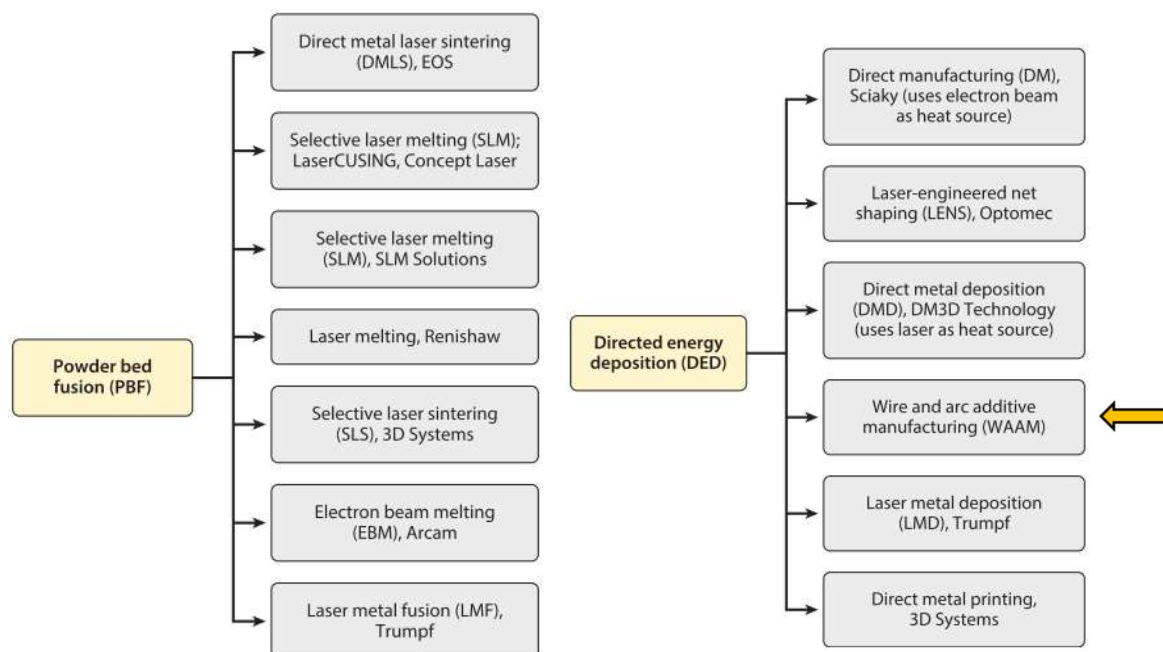


Figure 1 : classification et désignation usuelle ou commerciale des principales technologies de fabrication additive métallique [7]

## 1.2 Soudage à l'arc

### 1.2.1 Généralités

Le soudage à l'arc est un procédé pour lequel la fusion de la matière est assurée par l'apport de chaleur localisé, générée par un arc électrique se créant entre la pièce à souder et une électrode, par différence de tensions appliquées. L'électrode peut être fusible, constituant dans ce cas également le matériau à déposer, qui doit être « alimenté » pour compenser la fusion. C'est le cas pour le procédé concerné par

notre étude, le *metal inert* ou *active gas* (MIG/MAG). L'électrode peut aussi être non fusible. Elle sert alors uniquement à établir l'arc, comme dans le cas des procédés *tungsten inert gas* (TIG) ou plasma, et le matériau à déposer doit alors être apporté de manière séparée, et porté sous l'arc électrique pour assurer sa fusion.

La stabilité de l'arc ainsi que la protection du métal fondu contre l'oxydation sont assurées par un flux gazeux. La Figure 2 représente de manière schématique le procédé WAAM utilisant ces technologies.

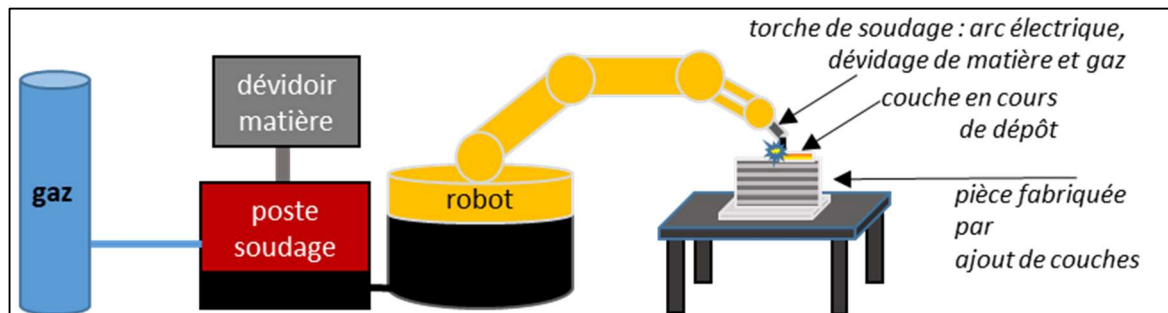


Figure 2 : principe de la technologie WAAM

### 1.2.2 Le procédé MIG/MAG

L'électrode fusible utilisée avec le procédé MIG/MAG se présente sous la forme d'un fil métallique, amené à travers une torche, dont le contact électrique au générateur se fait grâce à un « tube contact ». Le fil est poussé à travers ce tube depuis un dévidoir mécanique qui ajuste la vitesse du fil selon la consigne du poste. La torche permet également l'arrivée du gaz dont la fonction est à la fois d'assurer la stabilité de l'arc électrique et la protection contre l'oxydation de la matière fondue.

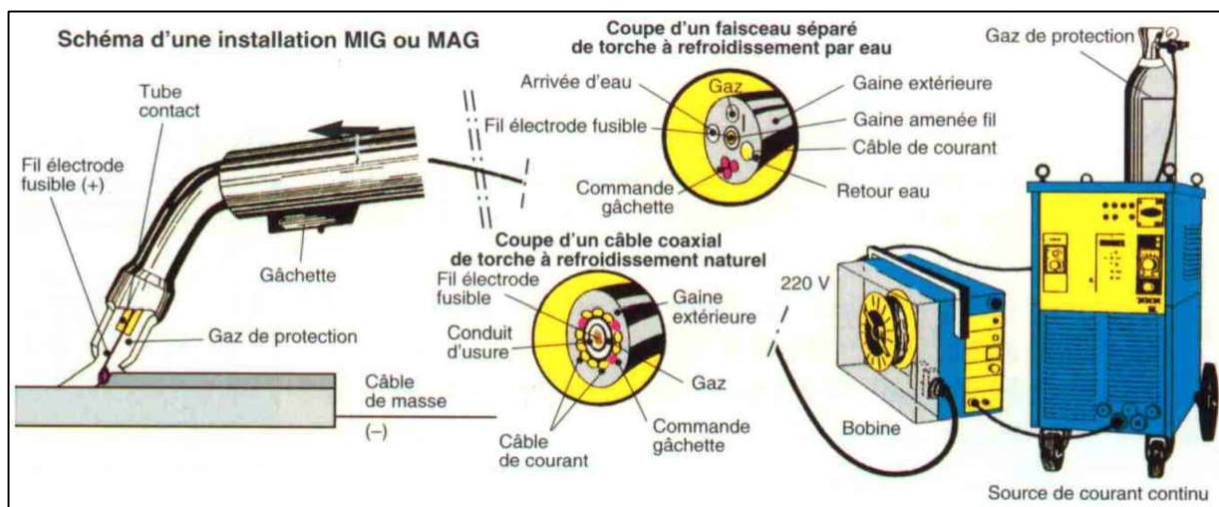


Figure 3 : descriptif d'une installation MIG/MAG [8]

Le transfert de matière fondue permettant de former le dépôt peut se faire de différentes façons. Trois modes classiques de transfert de matière peuvent se mettre en place selon les réglages paramètres, avec par ordre croissant d'énergie utilisée et de quantité de matière déposée, les régimes court-circuit, globulaire et pulvérisation axiale. Des développements récents de générateurs ont permis de gérer différemment le transfert du métal [9]. Des « lois synergiques » ont ainsi été développées permettant, par l'intermédiaire de cartes électroniques, de contrôler avec une grande précision les évolutions de tension et d'intensité de l'arc électrique et la vitesse de dévidage du fil. On peut notamment citer les synergies se basant sur des courants d'arc pulsés, mais aussi celles dont la vitesse et le sens de dévidage du fil sont paramétrables avec le poste. C'est le cas du procédé CMT utilisé dans le cadre de cette étude, et détaillé ci-après.

### 1.2.3 Le procédé CMT

La société Fronius est à l'origine du développement de la variante du procédé MIG/MAG appelée CMT. La particularité de ce procédé est, outre un contrôle précis des formes d'ondes de courant et de tension

produites par le poste de soudage, un mouvement alterné du dévidage du fil d'apport. Cela permet la maîtrise de l'apport de matière et d'énergie, ce qui stabilise le procédé et minimise les projections. Trois phases distinctes interviennent lors du transfert de matière avec le procédé CMT, elles sont schématisées Figure 4 :

1. la phase « *boost* », appelée aussi d'arc chaud, est une phase au cours de laquelle l'arc électrique, de forte intensité, produit la fusion de l'extrémité du fil électrode, formant une goutte de métal liquide. Le réglage de l'intensité du courant et de la durée de cette phase permet de contrôler la taille et la température de la goutte de métal liquide, qui reste accrochée à l'extrémité du fil.
2. durant la phase « *wait* », dite aussi d'arc froid, l'intensité est abaissée de manière à éviter le grossissement excessif de la gouttelette de métal liquide et son détachement, et le fil descend, jusqu'à entrer en contact avec le substrat ou le métal déjà déposé.
3. la phase de « *court-circuit* » démarre juste après le contact du fil. Le court-circuit produit l'extinction de l'arc électrique, et la tension devient presque nulle. Un courant de faible intensité est maintenu, de manière à assurer un apport de chaleur suffisant pour maintenir la gouttelette à l'état liquide. Le retrait mécanique du fil est alors activé, ce qui permet le transfert de la gouttelette liquide dans le bain sans projection.

Les nombreux paramètres contrôlant les formes d'ondes du courant et de la tension ainsi que le dévidage du fil sont programmés dans les lois synergiques intégrées au poste de soudage, mais ils peuvent aussi être modifiés par l'utilisateur.

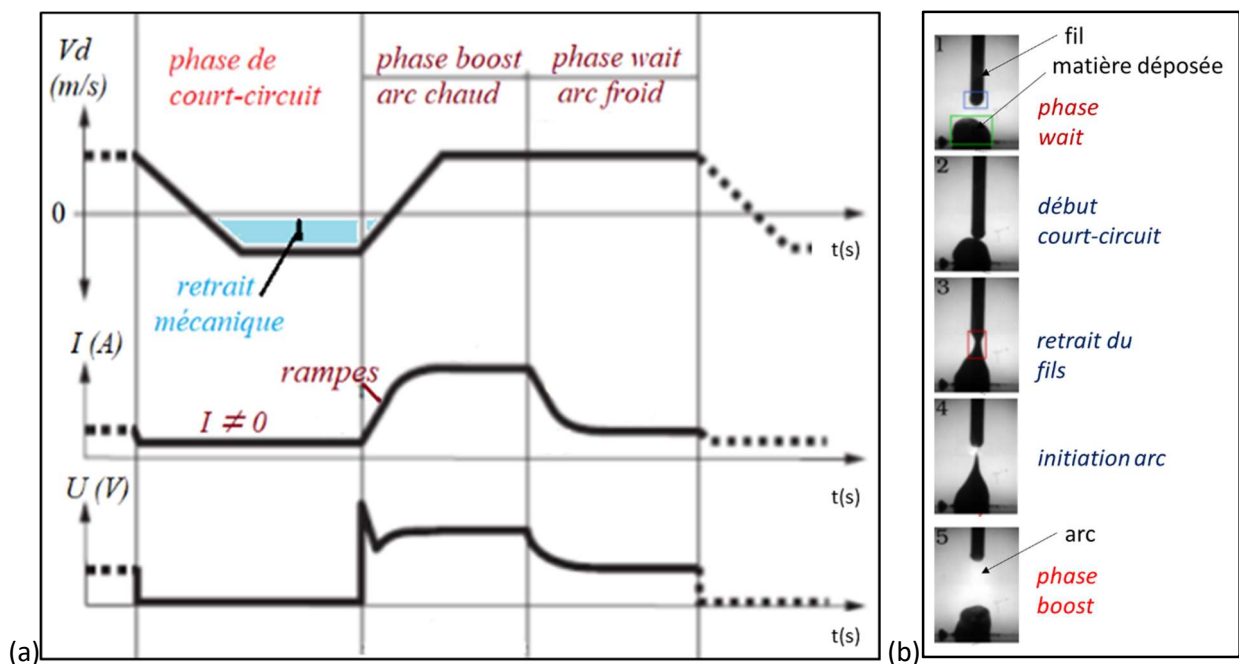


Figure 4 : (a) évolution de la vitesse de dévidage et des formes d'ondes de courant et de tension au cours du cycle de transfert d'une goutte de métal liquide avec le procédé CMT / (b) visualisation in-situ de dépôt par CMT [10]

### 1.3 Géométrie des dépôts

La géométrie des pièces fabriquées par procédé WAAM dépend directement de celle des cordons empilés, ainsi que de la séquence ou stratégie de fabrication retenue [1][11]. Le mouillage entre deux cordons superposés doit être suffisant pour obtenir une transition correcte entre couches. Pour ce faire, une pratique générale issue de la littérature est d'obtenir un rapport largeur sur hauteur de sections des mono-cordons élevé [12].

#### 1.3.1 Influence des paramètres du procédé

Les nombreux paramètres du procédé CMT caractérisant les formes d'onde de courant et de tension et la vitesse de dévidage du fil, peuvent avoir une forte influence sur la géométrie des cordons déposés [13]. Selon des études récentes, les paramètres présentant la plus forte influence sont les paramètres contrôlant l'intensité et la durée de la phase « d'arc chaud », ainsi que la vitesse de descente du fil lors

des phases « d'arc froid » [14][15]. Ces paramètres semblent agir à la fois sur la quantité de matière déposée (taille des gouttelettes formées à l'extrémité du fil, et fréquence de dépôt de ces gouttes lors des court-circuits), et sur la température du métal liquide [16][17]. L'augmentation de la température du métal liquide favorise notamment le mouillage, et donc le dépôt de cordons plus larges et moins hauts [18].

Des irrégularités de forme plus ou moins périodiques le long des cordons déposés, dues au phénomène de « *humping* », sont parfois observées [10]. Elles peuvent être réduites en augmentant l'énergie linéique apportée par limitation de la vitesse de déplacement de la torche ou augmentation de la puissance moyenne de l'arc électrique [19].

Une autre étude a montré l'apparition de fortes variations de largeur des sections transverses du fait de la superposition de nombreux cordons en procédé *WAAM-MIG/MAG* [13]. L'auteur de l'étude les réduit en augmentant la vitesse d'avance, ce qui permet d'obtenir des sections de largeurs plus régulières, réduisant ainsi les reprises d'usinage final.

Cette étude a également montré qu'à vitesse d'avance fixée, l'augmentation de la tension ou de l'intensité moyenne permettait d'augmenter la largeur des cordons. D'autre part, le maintien d'une distance tube-contact/substrat constante au cours de la fabrication permet de garder une tension régulière, ce qui diminue les irrégularités et les projections.

Enfin, les défauts géométriques les plus marqués apparaissent souvent en début et en fin de dépôt. On peut réduire ces défauts en modifiant notamment les paramètres du cycle d'amorçage et d'extinction de l'arc [16].

### **1.3.2 Influence de la stratégie de dépôt**

Le choix de la trajectoire de la torche permettant de déposer les couches successives de matière, ainsi que de la durée des pauses entre passes, peut aussi fortement influencer les caractéristiques géométriques des pièces. Dans le cas de la fabrication d'un « mur » par superposition de cordons rectilignes, le choix d'une stratégie de dépôt alternée, en changeant le sens d'avance à chaque couche, permet de limiter les défauts formés aux extrémités [16]. Cette stratégie alternée permet aussi de réduire les défauts de forme qui peuvent apparaître localement à la surface d'un cordon, alors qu'une stratégie à sens de dépôt unique a tendance à les amplifier [20].

Une augmentation de la largeur des cordons au cours de la construction est aussi souvent observée [13][21]. Cette augmentation est liée à l'accumulation de chaleur dans les cordons déjà déposés. Afin de limiter ce phénomène, des pauses peuvent être nécessaires entre les différentes couches déposées, de manière à permettre l'évacuation de la chaleur accumulée [22][23]. Les couches ainsi déposées sur de précédents dépôts ayant eu le temps de refroidir sont alors plus régulières et stables, ce qui a été analysé par simulation éléments finis [16] ou par expérimentation [19]. L'apparition d'un régime thermique stationnaire après la réalisation de quelques couches dans des conditions identiques permet toutefois d'obtenir, passées ces premières couches, une largeur relativement stable des cordons déposés, même en l'absence de pause entre passes.

## **1.4 Physique du procédé et conséquences**

Les procédés à l'arc engendrent des phénomènes physiques complexes qui agissent sur le comportement ou les caractéristiques du matériau déposé, à l'état liquide et même après solidification. Outre les effets de la température sur la géométrie du cordon, l'histoire thermique sera responsable des microstructures de solidification et des évolutions en phase solide, ce qui est traité au paragraphe 2 de ce chapitre. Cette histoire sera également la cause du développement des contraintes résiduelles.

Parmi les autres effets, les phénomènes de convection impactent grandement la mouillabilité qui dirige la forme du bain donc des cordons, ainsi que leur pénétration [24][25]. Ils sont notamment induits par les gradients de tension de surface à l'interface liquide/gaz (effet Marangoni) et la pression d'arc, qui est plus faible sur cordons empilés que sur tôle, ce qui explique la moindre pénétration et des étalements de bain dirigés par la tension de surface et la gravité en fabrication additive [26].

## 2 Microstructures de solidification et évolutions en phase solide

*Les procédés de soudage et de fabrication additive par fusion sont des procédés à solidification rapide. Les microstructures obtenues leurs sont spécifiques et peuvent varier significativement en fonction des paramètres procédés et de l'environnement de fabrication. Cette partie est consacrée à la description des mécanismes de solidification et à l'influence des paramètres sur les structures de solidification générées. Les évolutions de structures à l'état solide à hautes températures, au cours de la fabrication ou lors de traitements thermiques ultérieurs, sont également présentées pour les deux matériaux d'études. Les défauts induits par le procédé, comme l'oxydation, sont également répertoriés.*

### 2.1 Solidification

#### 2.1.1 Surfusion, nucléation et croissance

Le phénomène de solidification intervenant lors du refroidissement d'un alliage porté à l'état liquide est le résultat de mécanismes de nucléation et/ou de croissance des phases solides.

La nucléation est la formation de germes solides au sein de la phase liquide. Elle a lieu dans la zone de liquide en surfusion, c'est-à-dire dans une zone hors équilibre thermodynamique, qui devrait être solidifiée. La nucléation est dite homogène lorsqu'elle se produit spontanément dans le liquide, ce qui est rare et peut nécessiter une grande surfusion selon les alliages [24]. Elle est dite hétérogène lorsqu'elle se crée sur les parois d'un moule ou d'un substrat, dans ce cas la surfusion peut être de l'ordre de quelques degrés [27], ou bien à partir de particules solides présentes dans le liquide [24]. Une variante de ce type de nucléation est la nucléation secondaire ou dynamique, due aux courants de convection au sein de la zone d'interface, qui peuvent conduire au détachement de grains ou de fragments de grains déjà formés, qui se retrouvent alors au sein de la masse liquide. Ils peuvent alors, s'ils ne sont pas refondus, croître et donner naissance à de nouveaux grains [1][27][28].

La croissance des grains se traduit par le déplacement des interfaces solide/liquide au fur et à mesure que la phase solide gagne sur la phase liquide. La vitesse  $R$  de déplacement de ces interfaces constituant le front de solidification, est également gouvernée par les phénomènes de surfusion [24][27]. Ces derniers ont plusieurs origines, les deux principales étant la surfusion thermique et la surfusion constitutionnelle. La surfusion thermique est due à la chaleur latente de fusion, qui produit un échauffement localisé du liquide proche de l'interface, ce qui ralentit la progression de l'interface solide/liquide. La surfusion constitutionnelle résulte du rejet de soluté dans la phase liquide lors de la solidification. Ainsi, la phase liquide à l'interface est plus riche en soluté, ce qui a pour conséquence d'abaisser le liquidus. Si le gradient thermique  $G_T$  au sein du liquide proche de l'interface est inférieur à une valeur critique  $G_L$ , comme présenté *Figure 5-a*, la température du liquide est inférieure à la température de liquidus local, cet écart correspondant à la surfusion.

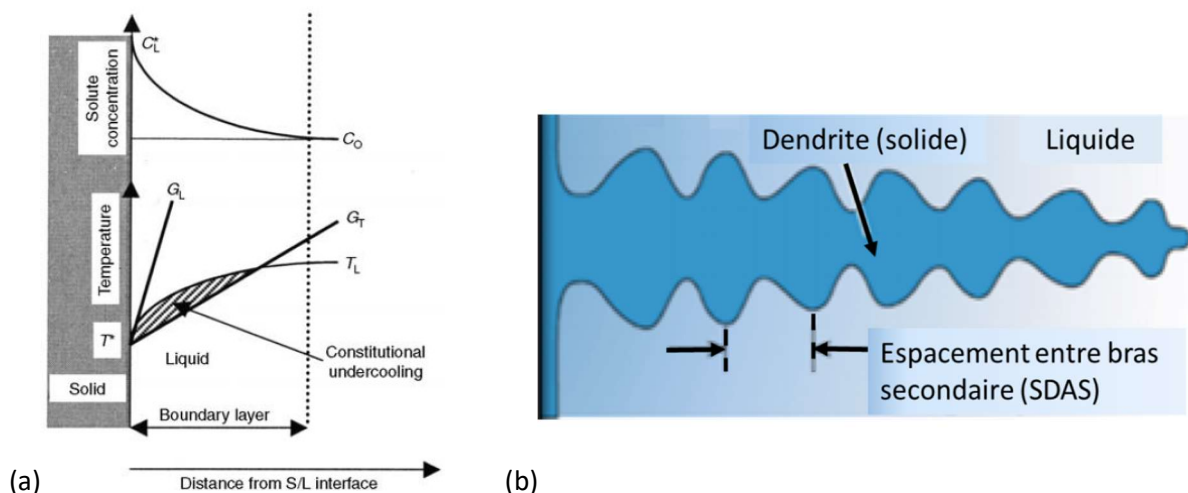


Figure 5 : (a) représentation schématique de la zone de surfusion constitutionnelle (zone grisée) due au rejet de soluté dans le liquide qui abaisse la température de liquidus  $T_L$ , associé à un faible gradient thermique  $G_T$  au sein du liquide [27] / (b) représentation schématique d'une dendrite et de l'espacement des bras secondaires SDAS

La surfusion influence la morphologie du front de solidification, et donc la forme des structures des grains solidifiés [24][27].

Pour de faibles valeurs de surfusion, l'interface solide/liquide est plane. Elle prend une morphologie cellulaire, puis dendritique lorsque la surfusion augmente suffisamment pour permettre une déstabilisation du front.

Les grains croissent selon l'avancée du front de solidification local. Cette vitesse de solidification est appelée taux de croissance  $R$ .

Les grains croissent dans des directions cristallographiques de croissance préférentielle propres à chaque système cristallin. Dans les matériaux présentant une structure cubique centrée ou cubique face centrée, les directions préférentielles de croissance sont les directions  $[100]$ , alors que ce sont les directions  $[10\bar{1}0]$  dans le cas des matériaux à structure hexagonale compacte [29].

La structure de solidification est dite colonnaire lorsque la morphologie des grains est allongée, dans le cas de cellules ou de dendrites non équiaxes. Les grains ont pu croître suffisamment sans interruption pour présenter cette morphologie. Ainsi, dans le cas de formation de dendrites colonnaires, les bras primaires sont orientés selon la direction cristallographique de croissance préférentielle du grain.

La croissance des grains étant gouvernée par la surfusion, le front de solidification se déplace dans la direction du gradient thermique. Les grains dont l'orientation préférentielle de croissance est alignée au gradient thermique croissent alors plus facilement et gagnent la compétition de croissance par rapport à d'autres grains moins bien orientés, dont la croissance est ainsi arrêtée par les grains voisins. On parle de croissance sélective, pouvant mener à la formation de structures colonnaires grossières.

Une diminution du gradient  $G_T$  a pour effet de faire croître la zone de surfusion constitutionnelle. En présence de grains colonnaires, cette augmentation de la zone de surfusion permettra l'augmentation de l'espace inter-cellulaire et/ou inter-dendritique, et favorisera la croissance de bras dans des directions non parallèles au gradient principal. Sur les dendrites, l'apparition de bras secondaires sera ainsi facilitée par la surfusion [27].

L'augmentation du taux de croissance  $R$  permettra de déstabiliser l'interface et mènera à des morphologies cellulaires puis dendritiques par diminution de la courbure à l'extrémité du grain [27].

La germination de nouveaux grains au sein du liquide, devant le front de solidification, peut avoir lieu si la surfusion constitutionnelle est grande. Ces derniers bloquent de même la croissance des grains colonnaires, conduisant à une transition entre grains colonnaires et équiaxes, communément appelée *CET*. Cette transition est favorisée par une grande vitesse de déplacement du front de solidification  $R$ , et de faibles gradients thermiques  $G_T$ , c'est-à-dire un rapport  $G_T/R$  faible [27].

Enfin, concernant la taille des sous-structures, en règle générale, les microstructures fines sont obtenues à hautes vitesses de refroidissement  $\dot{T}$ . Ceci est obtenu lorsque la vitesse de déplacement du front de solidification  $R$ , et le gradient thermique  $G_T$  sont élevés. Ainsi, un produit  $G_T \cdot R$  grand favorise les structures fines [27]. En particulier dans le cas des dendrites, un taux de refroidissement élevé mènera à de faibles espacements inter-dendritiques, notamment ceux des bras secondaires [27][30][31], jusqu'à les faire disparaître [32].

Le diagramme de *Kou* reporté *Figure 6-b* résume l'impact des facteurs  $R$  et  $G_T$  sur la morphologie et la taille des microstructures de solidification [24].

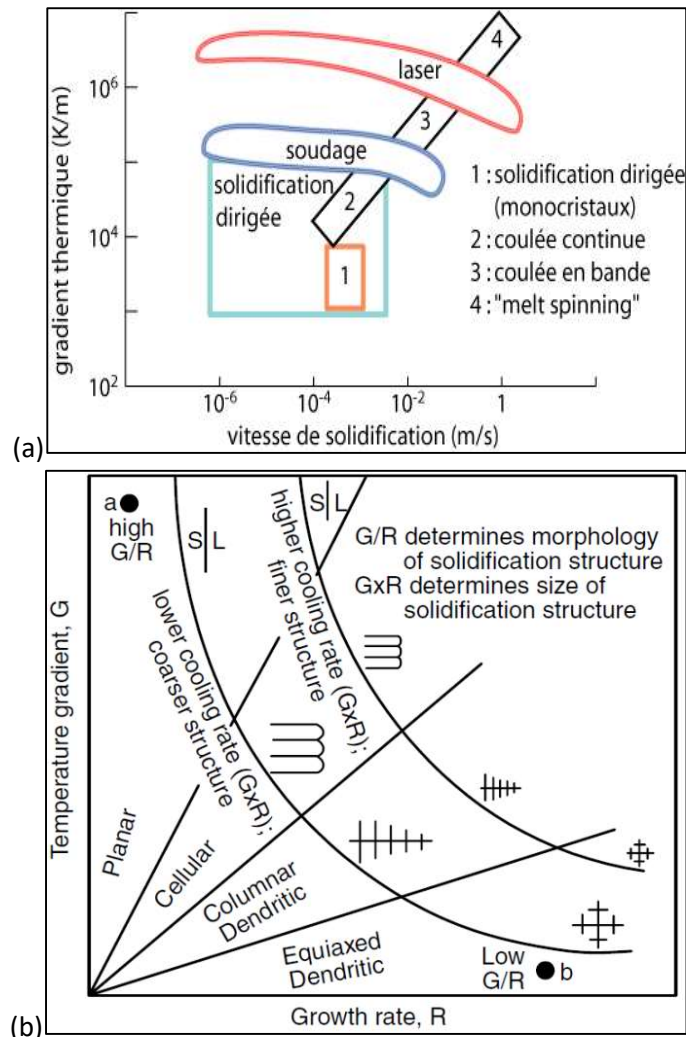


Figure 6 : (a) valeurs typiques de gradients thermiques et de vitesses de solidification atteignables par différents procédés [33] / (b) influence du gradient thermique  $G$  et de la vitesse de solidification  $R$ , sur les structures de solidification [24]

### 2.1.2 Solidification en soudage et fabrication additive

Le soudage, comme la fabrication additive à l'arc, mène à des solidifications rapides au sein d'un liquide présentant des gradients thermiques relativement importants, ce qui est représenté en Figure 6-a. La solidification en soudage démarre généralement sans nucléation, par simple croissance de grains partiellement fondus situés sur les bords de la zone fondue, et se poursuit le long de l'interface solide/liquide, dont  $R$  et  $G_T$  varient au sein du cordon [34].

Lors du dépôt d'une nouvelle couche de métal liquide, une zone d'interface partiellement refondue voit ainsi croître les nouveaux grains. Chaque grain a la même orientation cristallographique que le grain sous-jacent partiellement fondu avec lequel il est en contact : c'est le phénomène d'épitaxie [24], visible sur la Figure 7-a. Ainsi, la cristallographie locale du substrat ou des couches précédentes situées le long de la frontière de la zone fondue est conservée sur la ligne de fusion.

En FA, un fort gradient thermique orienté de la couche déposée vers le substrat est généralement présent [1]. La croissance sélective évoquée précédemment s'applique en faveur des grains dont l'orientation de croissance préférentielle est parallèle au gradient. Il en résulte une morphologie colonnaire au fil des couches, dans la direction du gradient. La structure principale et les sous-structures sont également texturées, l'orientation cristallographique se conservant par épitaxie [34][35]. Cette structure colonnaire texturée peut traverser de nombreuses couches en WAAM [36].

Cependant, dans le liquide, en amont du front de solidification, la germination de grains équiaxes est possible dans le bain si la surfusion est suffisante. Ce phénomène est visible en Figure 7-b, sous le terme « *bulk nucleation* ». Cette nucléation permet de bloquer la croissance des grains colonnaires inhérente au soudage ou à la FA. Outre la morphologie, les orientations cristallographiques des grains germant dans la

masse sont alors aléatoires, et le matériau alors plus isotrope [35]. La nucléation due à la surfusion peut être complétée par une nucléation dynamique. En effet, dans les procédés à l'arc comme le procédé CMT, le mouvement alterné du fil, ou bien encore l'inversion de la polarité du courant, tendent à favoriser ces phénomènes de nucléation secondaire [37].

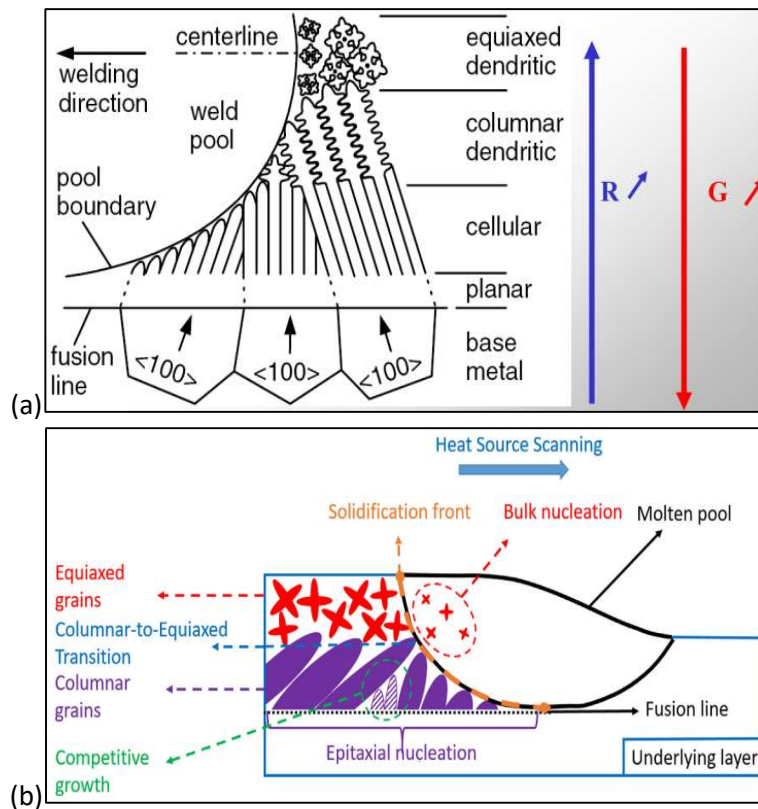


Figure 7 : (a) zones de croissance et de nucléation des grains dans le cas d'une transition colonnaire/équiaxe : vue de dessus du soudage d'une tôle [25] / (b) vue du plan de construction en fabrication additive [35]

Les phénomènes étant explicités, intéressons-nous désormais aux impacts des paramètres utilisés en soudage.

La vitesse de soudage  $V_s$  est un paramètre important puisqu'elle détermine le taux de croissance  $R$ , établi par la formule  $R \approx V_s \cdot \cos\vartheta$ , où  $\vartheta$  est l'angle entre la direction de soudage et la normale à la frontière du bain [24][33]. Ainsi, dans la configuration de la Figure 8, le taux  $R$  est maximal au centre du cordon et égal à  $V_s$ , et nul sur la ligne de fusion.

Les paramètres puissance et vitesse de soudage sont réglables depuis le dispositif de soudage et influent sur les structures [28]. Toutes choses égales par ailleurs, une augmentation de la vitesse de soudage mène à une augmentation du gradient  $G_T$  au niveau de la ligne de fusion, de la vitesse de refroidissement  $\dot{T}$  et également du taux de croissance  $R$ , bien que ce dernier soit minimisé sur les bords du cordon. Une augmentation de la puissance électrique  $U \cdot I$  mène à une diminution de la vitesse de refroidissement, et du gradient. La surfusion est augmentée en augmentant la vitesse de soudage et la puissance, favorisant la germination et la formation de grains équiaxes.

Comme le schématise la Figure 8, en configuration de soudage de tôle, le gradient est plus fort sur la ligne de fusion aux bords du bain, où le phénomène d'épitaixie est également présent. La croissance sélective colonnaire s'opère, et n'est arrêtée que si la germination de grains équiaxes se produit sous l'effet de l'augmentation de la surfusion à l'arrière du bain, ce qui est favorisé par l'augmentation de la puissance et de la vitesse de soudage [24][28].



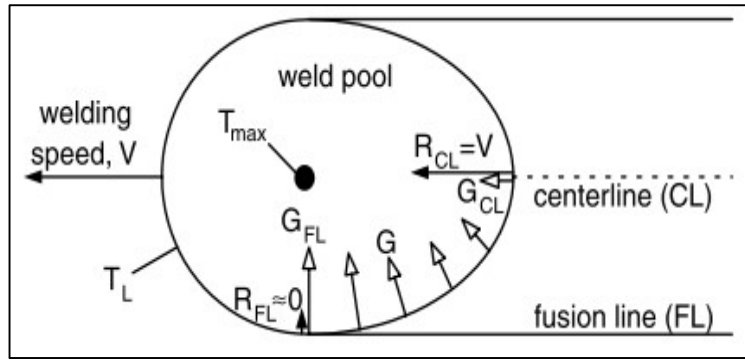


Figure 8 : évolution du  $G_T$  et  $R$  selon la normale au bain de fusion [24]

En fabrication additive, le gradient thermique au niveau du front de solidification est principalement vertical, et légèrement incliné dans la direction de déplacement de la torche. Des couches planes inclinent peu le gradient local, au contraire des bains courbés. La stratégie de fabrication a donc un impact. Dans le cas d'une stratégie de dépôt en sens unique, le gradient est toujours incliné de la même manière, favorisant la croissance des grains dans cette même direction. En revanche, la direction du gradient varie d'une couche à l'autre dans le cas d'une stratégie aller-retour, et la direction de croissance des grains, qui se poursuit par épitaxie, évolue en « zig-zag ».

Des travaux numériques sur FA poudre ont permis de mettre en évidence ce phénomène [35]. Comme le montre la Figure 9-a, la morphologie est clairement impactée par la stratégie aller-retour, et la croissance sélective et par épitaxie mène à une forte texture. La Figure 9-b montre les résultats d'une simulation réalisée avec une vitesse de déplacement de la torche plus élevée, qui favorise la nucléation de grains équiaxes agissant comme un « frein » à la croissance des grains colonnaires. Il n'y a alors plus de texture marquée, bien que l'effet de l'alternance du sens de dépôt soit toujours perceptible sur la morphologie des grains.

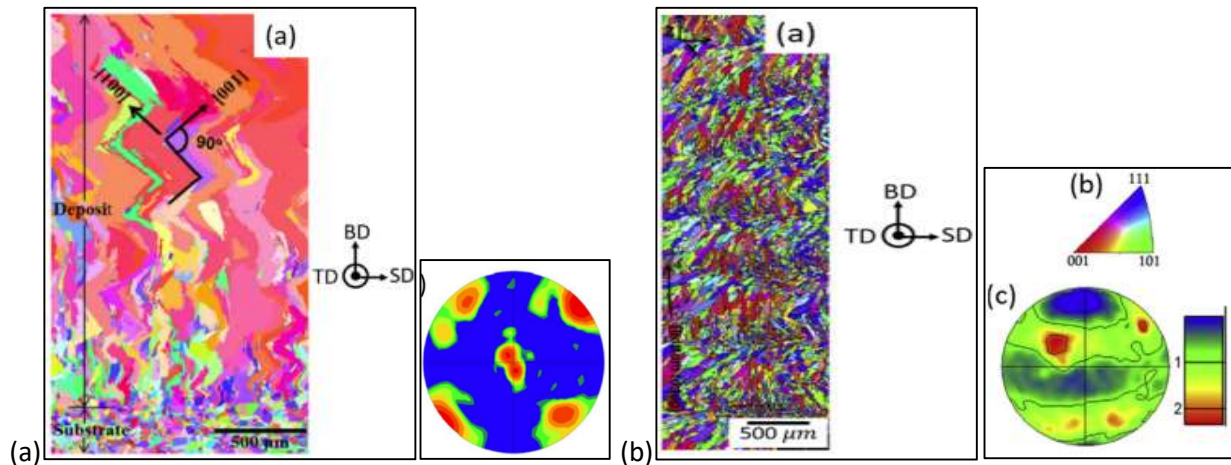


Figure 9 : simulation de structures de solidification par procédé FA-poudre et figures de pôle associées  $\{100\}$  selon BD avec BD = direction d'empilement - SD = direction de dépôt - TD = direction transverse ; (a) faible vitesse d'avance / (b) forte vitesse d'avance [35]

## 2.2 Evolutions en phase solide

Une fois l'alliage solidifié, il va se refroidir, puis subir à nouveau des cycles de chauffe-refroidissement lors du dépôt des passes successives. Ces cycles répétés peuvent modifier la microstructure générée après solidification. On appelle zone affectée thermiquement (ZAT), la zone du matériau impactée par l'apport de chaleur des couches suivantes. Il peut en résulter notamment un grossissement ou un affinement des grains, ou bien une disparition ou des changements de phases [38][39]. Ces phénomènes peuvent être volontairement induits en réalisant des traitements thermiques (TTH), affectant l'ensemble de la pièce traitée.

Outre les changements microstructuraux, les traitements thermiques permettent également de diminuer les contraintes résiduelles se créant lors des passes successives [24].

## 2.3 Cas du 316L

L'acier 316L appartient à la famille des aciers inoxydables austénitiques et est notamment utilisé pour sa bonne tenue à la corrosion. L'appellation usuelle 316L est issue du standard américain *ISI*. Il peut aussi être désigné X2CrNiMo17-12-2, selon la norme européenne EN 10027-1. Les aciers inoxydables austénitiques présentent une conductivité thermique assez faible associée à un coefficient de dilatation thermique élevé, ce qui favorise l'apparition de distorsions dans les pièces soudées ou issues de la fabrication additive [40]. Ces propriétés sont répertoriées dans le *Tableau 1*.

Densité	Coefficient de dilatation thermique $K^{-1} * 10^6$	Conductivité thermique $W.m^{-1}.K^{-1}$	Capacité thermique $J.Kg^{-1}.K^{-1}$
8.0	16.0	16.3	502

Tableau 1 : propriétés du 316L [40]

### 2.3.1 Phases, microstructures de soudage et évolutions en phase solide

La phase austénite notée  $\gamma$  est la phase principale de l'acier 316L. Lorsqu'il subit une solidification rapide, on peut aussi observer une phase ferrite delta notée  $\delta$ , en proportions plus ou moins élevées selon la composition de l'alliage et les paramètres de refroidissement. Le diagramme de *Schaeffler* présenté *Figure 10-a* permet d'estimer la nature et les proportions de phases en présence lors du refroidissement rapide d'un acier inoxydable, en fonction de sa composition [40]. La teneur en ferrite peut varier entre 0% et 40% selon ce diagramme et l'étendue de composition du 316L.

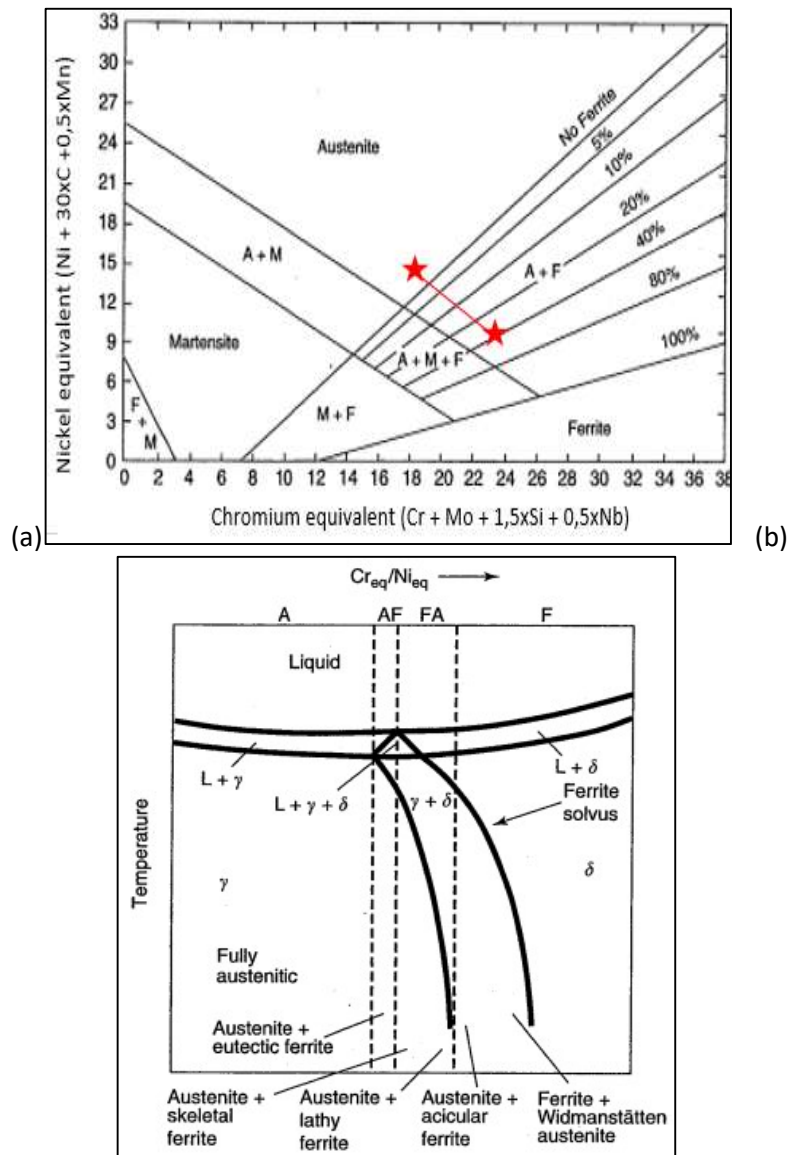


Figure 10 : (a) diagramme de Schaeffer - ligne rouge : proportions de phases attendues pour les aciers 316L, en soudage à l'arc [40] / (b) diagramme pseudo-binaire 70%Fe-30%(Cr+Ni) montrant les différents modes de solidification et les phases obtenues après refroidissement dans les aciers inoxydables austénitiques [39]

La microstructure finale des alliages dépend en partie des mécanismes intervenant lors de la solidification. Quatre modes de solidification sont possibles pour les aciers inoxydables austénitiques, ce qui est explicité par le biais du diagramme de phases *Figure 10-b* [39]. Si la teneur en éléments gammagènes comme le nickel est élevée et/ou la teneur en éléments alphas comme le chrome est faible (rapport  $C_{req}/N_{ieq}$  faible), la solidification forme uniquement une phase austénitique (mode A). Lorsque le rapport  $C_{req}/N_{ieq}$  augmente, la solidification conduit d'abord à la formation de grains d'austénite, puis le liquide résiduel atteint la composition eutectique et forme un mélange de phases ferrite et austénite (mode AF), avec liserés de ferrite inter-dendritique. Si le rapport  $C_{req}/N_{ieq}$  est encore plus élevé, la première phase se solidifiant est la phase ferrite, puis la composition du liquide évoluant, de l'austénite va se former en fin de solidification (mode FA), dans les zones inter-dendritiques. Enfin, pour les aciers dont la composition présente les rapports  $C_{req}/N_{ieq}$  les plus élevés, tout le liquide se solidifie en phase ferrite (mode F). Les modes de solidification sont quasi-exclusivement dépendants de la composition pour les vitesses de solidification rencontrées en soudage à l'arc [41]. Dans le cas des aciers 316L, les modes de solidification rencontrés sont les modes AF et FA.

Une fois la solidification terminée, des transformations peuvent se produire à l'état solide au cours du refroidissement ou lors du maintien de l'acier à haute température. La ferrite formée à la solidification tend alors à se transformer totalement ou partiellement en austénite [24][42]. Dans le cas d'un mode de solidification FA, de la ferrite est généralement maintenue après refroidissement à température ambiante, avec une morphologie vermiculaire (ou squelettale), ou lamellaire, dépendant des conditions de refroidissement et de la composition. L'augmentation de la vitesse de refroidissement  $\dot{T}$  favorise une morphologie ferritique lamellaire [24] et diminue le taux d'austénite en soudage à l'arc [43].

En revanche, un réchauffage induit par l'ajout de couches juste sous le domaine bi-phasique  $\gamma / \delta$  permet la dissolution totale ou partielle de la ferrite résiduelle [44], et un grossissement des grains d'austénite adjacents.

La *Figure 11-a* montre les deux types de morphologies de ferrite que l'on peut observer au sein d'un acier inoxydable austénitique ayant subi une solidification dirigée (sous gradient thermique) en mode FA [45]. La *Figure 11-b* représente de manière schématique les structures formées lors de la solidification au sein d'un gradient thermique vertical et leurs évolutions au cours du refroidissement en fonction de la composition de l'acier [33].

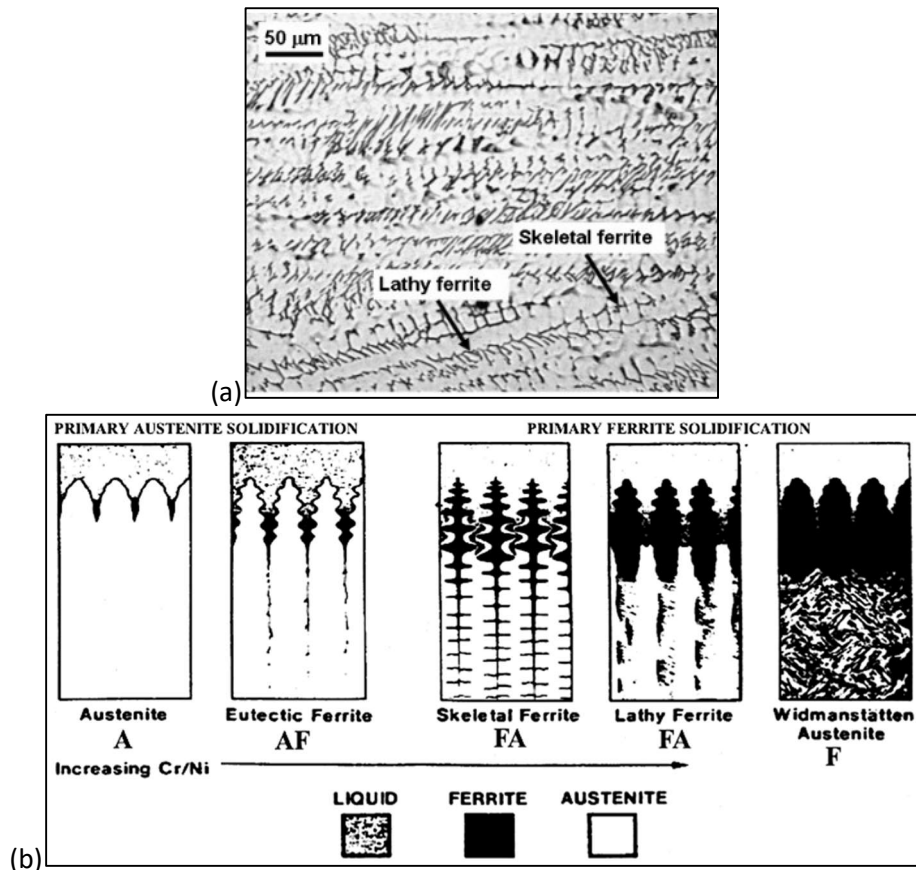


Figure 11 : (a) micrographie montrant deux morphologies de ferrite dans un acier inoxydable austénitique [45] / (b) représentation schématique des structures formées selon les différents modes de solidification [33]

La ferrite maintenue à température ambiante, métastable après un refroidissement rapide, peut être partiellement ou totalement éliminée lors de traitements thermiques de maintien à 1100°C [46]. Cette transformation de la ferrite en austénite au cours du traitement thermique peut s'accompagner, dans le cas de pièces obtenues par fabrication additive, d'une évolution de la morphologie et de la taille des grains colonnaires formés, une morphologie plus équiaxe avec des grains de plus grande dimension étant observée après traitement thermique [47]. A plus haute température, au-dessus de 1250°C, le grossissement des grains se produit [38].

Une phase intermétallique  $\sigma$ , très fragilisante pour le matériau [40], peut aussi se former lors du maintien en température entre 550 et 900°C, principalement au sein de la ferrite. Elle peut ainsi se former en quelques dizaines de minutes seulement à 700°C dans les aciers duplex contenant des teneurs en ferrite importantes [48]. Sa formation au sein de la phase austénite est en revanche beaucoup plus lente, plusieurs milliers d'heures de maintien à 700°C étant nécessaires pour la voir apparaître. Cette phase peut toutefois être éliminée par traitement thermique effectué au-dessus de 900°C [49].

Enfin, signalons que des traitements de relaxation de contraintes peuvent être réalisés sur les composants en acier inoxydable austénitique soudés ou issus de la fabrication additive, à des températures comprises entre 550 et 650°C, sans modifier de manière significative la microstructure [40][50].

### 2.3.2 Particularités de la FA et du WAAM

Les microstructures des pièces en acier inoxydable issues de la fabrication additive présentent généralement une structure granulaire colonnaire, orientée dans la direction verticale, qui est celle du gradient thermique [1]. Les grains colonnaires formés lors de la solidification de la première couche déposée se prolongent généralement, par croissance par épitaxie, à travers plusieurs couches successives. Les grains dont les directions préférentielles de croissance [100] sont favorablement orientées par rapport à la direction du gradient thermique vont croître au détriment des autres, conduisant à la formation d'une texture cristallographique marquée. Ces microstructures sont observées en procédés poudres [51][52] ou en WAAM [53][54][55].

Dans le cas des procédés laser, des taux de refroidissement très élevés sont rencontrés lors de la solidification, estimés entre  $10^3$  et  $10^8$  K/s [32]. Dans ces conditions, les bras secondaires des dendrites n'ont pas le temps de se former. De plus, il peut être observé en soudage laser un changement de mode de solidification de FA vers AF à partir d'une vitesse critique, dû à une ségrégation importante en pointe de dendrite [27][56][57].

Pour des vitesses de solidification plus faibles, ce qui peut être le cas en projection de poudres ou en WAAM, une relation est identifiée entre l'espacement  $\lambda_2$  des bras secondaires, et le taux de refroidissement  $\dot{T}$ . Elle peut s'écrire à l'aide de formules empiriques [27][30][31], telle que celle donnée par l'équation suivante dans le cas du 316L [58]:

$$\lambda_2 = 80 * \dot{T}^{-0,33} \quad (1)$$

Les vitesses de refroidissement ont de plus tendance à diminuer avec l'avancement de la fabrication, l'évacuation de chaleur par conduction pouvant être limitée par l'échauffement accumulé lors des dépôts successifs, en particulier dans les pièces de faible épaisseur [1]. Ainsi, lors du dépôt WAAM-TIG de 304L, des structures colonnaires orientées verticalement sont observées, au sein desquelles la largeur des dendrites augmente avec la hauteur du dépôt, du fait de la diminution du taux de refroidissement [53].

Une autre étude, dans laquelle ont été superposées 40 couches de 316L en WAAM-MAG, a montré qu'un état thermique stationnaire s'établissait après quelques couches déposées [44]. La structure du matériau déposé est constituée d'une matrice austénitique dans laquelle vient s'intercaler de la ferrite vermiculaire, ce qui est visible en *Figure 12-b*. Malgré de faibles temps passés à haute température, la phase  $\sigma$  est observée aux interfaces  $\delta/\gamma$  et à l'intérieur des grains des couches inférieures.

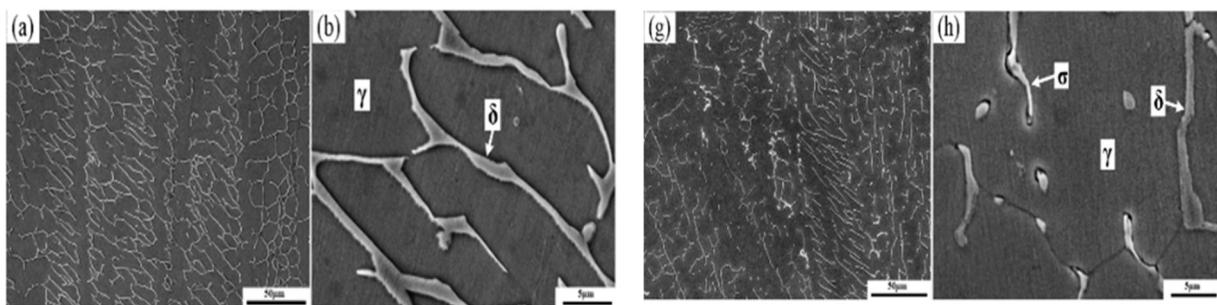


Figure 12 : (a-b) microstructure d'un mur en 316L fabriqué par WAAM : dernière couche contenant de la ferrite vermiculaire / (g-h) couches centrales avec reste de ferrite et phase sigma [44]

### 2.3.3 Défauts observés

Les principaux défauts formés dans les composants en acier inoxydable austénitique obtenus par fabrication additive sont des fissures à chaud, formées lors de la solidification [39], des porosités ou des manques de fusion, ces deux derniers types de défauts étant surtout constatés avec les procédés poudre [32][59]. Sur ce type de procédés, l'oxydation superficielle du bain liquide peut aussi être à l'origine de la formation d'oxydes piégés à l'interface entre deux couches déposées [32]. Ces oxydes, qui apparaissent en plus grand nombre lorsque l'atmosphère environnant la pièce en construction est plus riche en oxygène, semblent être à l'origine de la rupture en traction des échantillons, qui sont alors moins résistants que les échantillons fabriqués sous atmosphère à faible teneur en oxygène [47].

Lors de la fabrication de pièces par procédé WAAM, l'utilisation de fortes énergies pourrait permettre d'éliminer les oxydes par sublimation [20]. Une autre étude ne révèle aucun oxyde piégé par fabrication WAAM-TIG, sans autre protection que le gaz inerte diffusé par la buse de soudage [60].

Afin de tenter de quantifier l'épaisseur d'oxyde formée à la surface des soudures en acier inoxydable, la norme AWS D18.2 relie les colorations observées en surface de pièces oxydées à l'air libre et l'épaisseur d'oxyde formée. Un extrait est présenté en *Figure 13*.

Température maximale atteinte (°C)	Coloration de l'oxyde	Épaisseur de la couche d'oxydes (µm)
800	Jaune paille	0,18
1000	Bleu	0,276
1200	Vert – Brun	1,17

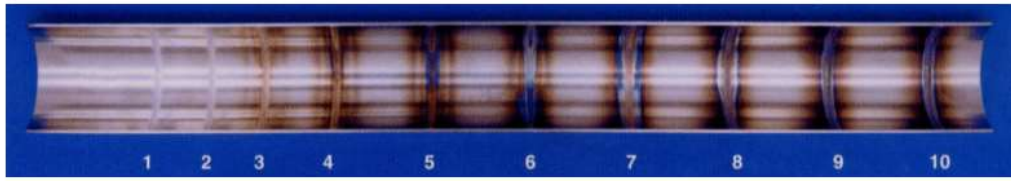


Figure 13 : échelle de coloration utilisée pour quantifier l'épaisseur d'oxyde, selon la norme AWS D18.2

## 2.4 Cas du TA6V

Les alliages de titane sont utilisés dans diverses industries pour leurs propriétés remarquables notamment en termes de tenue mécanique et de résistance à la corrosion [61][62][63][64]. L'alliage Ti-6Al-4V, également appelé TA6V d'après les anciennes normes NF, est le plus employé. Il est constitué de deux phases distinctes,  $\alpha$  et  $\beta$ . Ses propriétés thermiques sont indiquées dans le *Tableau 2*.

Densité	Coefficient de dilatation thermique $K^{-1} \cdot 10^6$	Conductivité thermique $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$	Capacité thermique $J \cdot Kg^{-1} \cdot K^{-1}$
4.2	8.5	8.7	610

Tableau 2 : propriétés du TA6V [65]

### 2.4.1 Phases, microstructures de soudage et évolutions en phase solide

Les températures de liquidus et de solidus du TA6V sont respectivement égales à 1655°C et 1605°C. Lors de la solidification, une phase  $\beta$  de structure cubique centrée se forme. Au refroidissement en phase solide, celle-ci donne naissance à une phase  $\alpha$ , de structure hexagonale compacte, lors du passage sous la température du transus- $\beta$  [66][67]. La température du transus- $\beta$  est d'environ 995°C pour l'alliage TA6V en conditions de refroidissement à l'équilibre [68].

Les grains bêta formés lors de la solidification de l'alliage sont d'autant plus grossiers que le refroidissement est lent [69][70]. Le TA6V ne présente pas la possibilité d'avoir une zone de surfusion constitutionnelle importante, ce qui minimise la possibilité de germination de nouveaux grains [71]. La solidification est donc principalement gouvernée par la croissance par épitaxie des grains, qui prennent une morphologie colonnaire orientée dans la direction du gradient thermique.

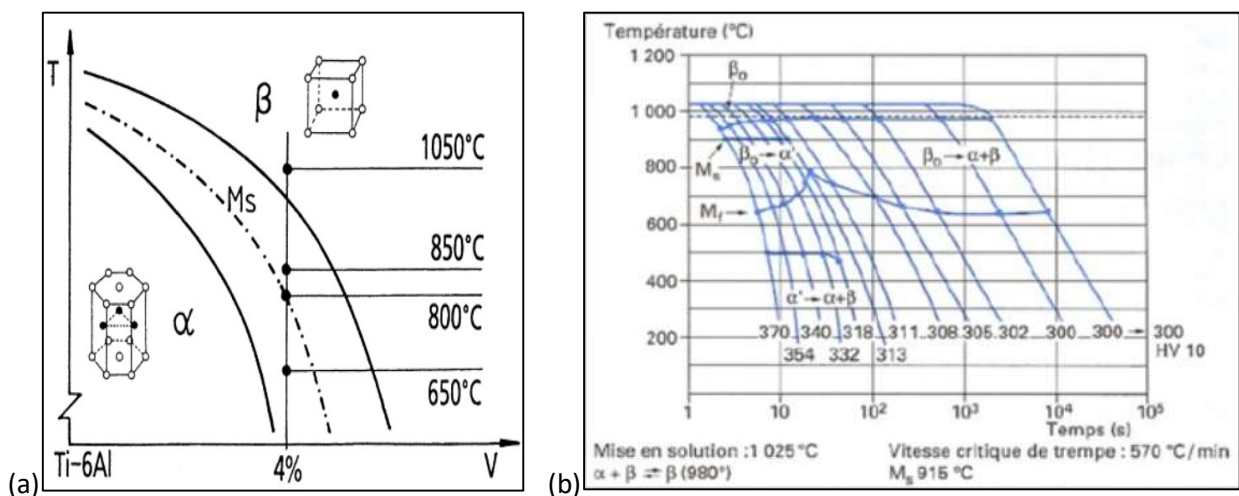


Figure 14 : (a) pseudo diagramme binaire Ti-6Al - V [72] / (b) diagramme TRC du TA6V [73]

Après refroidissement complet, la phase alpha est majoritaire, mais la phase bêta est encore présente dans des proportions comprises entre 5 et 50%, selon la composition et les conditions de refroidissement. Un refroidissement rapide depuis le domaine de stabilité de la phase  $\beta$  permettra d'en maintenir une

quantité importante dans un état métastable. Le diagramme *TRC* du *TA6V*, reporté *Figure 14-b*, trace les chemins de transformation possibles en conditions de soudage [73].

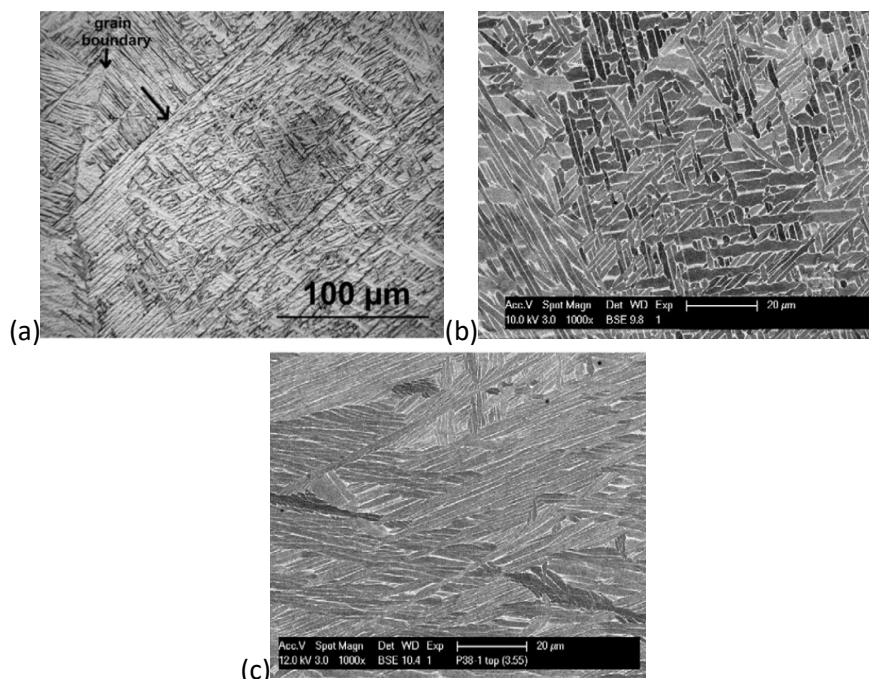
Le réchauffage de la phase bêta métastable produit sa décomposition en phase alpha si la température est suffisante. Cette transformation peut notamment se produire lors de l'ajout de couches supplémentaires en fabrication additive, qui vont réchauffer le matériau déjà déposé [74]. A l'inverse, si la température atteinte dans ces couches est plus élevée, dans le domaine  $\alpha + \beta$  ou au-dessus du transus- $\beta$ , la phase alpha précédemment formée pourra se retransformer en phase bêta, partiellement ou totalement selon la durée d'exposition, puis inversement au cours du refroidissement consécutif [68].

La phase bêta se transforme donc en phase alpha au refroidissement. Cette phase est hexagonale compacte avec une cristallographie liée à celle des grains  $\beta$  parents par les relations d'orientation de *Burgers* [75][76][77]. Douze variants cristallographiques sont préférentiellement obtenus lors de la transformation  $\beta \rightarrow \alpha$ . Dans le sens du réchauffage  $\alpha \rightarrow \beta$ , ce sont six variants bêta qui se forment.

Cette transformation se produit en premier lieu aux joints de grains  $\beta$ . Ainsi, un liseré alpha noté  $\alpha_{GB}$  remplace les ex-joints de grains  $\beta$  [36][78][79]. Plus le refroidissement au niveau du transus- $\beta$  sera lent, plus ce liseré sera épais. A l'inverse, un refroidissement rapide peut faire disparaître ces ex-joints primaire  $\beta$  [80].

Puis, la transformation se poursuit à l'intérieur des grains. Il est généralement observé la présence de « colonies », paquets de lattes toutes parallèles et de même orientation cristallographique, en bordure des joints  $\alpha_{GB}$  [36][70][71][79]. Puis, la phase alpha se forme à l'intérieur des grains en morphologies de lattes ou d'aiguilles [68], visibles en *Figure 15*. Plus le refroidissement est lent, plus la structure est grossière. Ainsi à refroidissement assez lent, des lattes de quelques microns de largeurs se forment, séparées par un liseré bêta de quelques dixièmes de microns [74]. Ces lamelles de phase alpha peuvent se former en colonies ou bien être entrelacées, formant une structure nommée « panier-tressé ». Contrairement aux lattes des colonies, celles de la structure *panier-tressé* ne sont pas toutes orientées cristallographiquement de la même manière [81], pouvant ainsi présenter douze variants selon le respect des orientations de *Burgers* depuis la phase bêta mère.

Enfin, des conditions de refroidissement extrêmement rapides peuvent mener à la formation d'une phase martensitique, notée  $\alpha'$ , présentant une morphologie aciculaire très fine [74].



*Figure 15 : (a) micrographies avec présence de joints primaire  $\beta$  / (b) zoom sur une structure en panier tressé / (c) zoom sur une structure en colonies [74]*

Un traitement thermique post-fabrication, ou le réchauffage subi par le matériau déjà déposé lors du dépôt de nouvelles couches de soudage, peut mener, selon la température atteinte, au grossissement des

lattes  $\alpha$ , ou à leur transformation totale ou partielle en phase b $\beta$ , modifiant au refroidissement la macrostructure [82][83]. A titre d'exemple, un traitement thermique au-dessus du transus- $\beta$ , entraîne un grossissement des grains  $\beta$  [82]. La disparition de la structure de FA en grains colonnaires au profit d'une structure  $\alpha$   $\beta$   $\alpha$  grossière a été observée par traitement à 1200°C [68]. Un refroidissement lent depuis le domaine  $\alpha$ + $\beta$ , sous le transus- $\beta$ , mène pour sa part à la formation de fines microstructures en *panier-tressé* [72][84].

Des traitements thermiques de relaxation de quelques heures sont réalisés à des températures comprises entre 380°C et 500°C, sans modifier la microstructure obtenue par FA [74][85].

En revanche, des composés intermétalliques fragiles, tel le Ti<sub>3</sub>Al, peuvent se former en FA lors de traitements thermiques réalisés à des températures plus élevées, de l'ordre de 600°C [7][68].

#### 2.4.2 Particularités de la FA et du WAAM

Les travaux issus de la littérature portant sur la fabrication WAAM de pièces en TA6V sont basés majoritairement sur l'utilisation des procédés TIG ou plasma [68][71], avec parfois l'utilisation de courants pulsés permettant un brassage du bain favorable à la formation de grains plus  $\alpha$   $\beta$   $\alpha$  [86]. Peu de publications traitent de l'impact du procédé WAAM-MIG/MAG [36][87][88].

Les grains b $\beta$  primaires formés lors de la solidification sont en majorité colonnaires, et orientés dans la direction verticale [89]. Ils peuvent se prolonger par le phénomène d'épitaxie sur de nombreuses couches déposées, atteignant parfois une hauteur de plusieurs centimètres pour une largeur de plusieurs millimètres, ce qui est observable sur la *Figure 16-I-a* [71]. De plus, la phase b $\beta$  étant de cristallographie cubique centrée, les grains dont les directions préférentielles de croissance [001] sont alignées avec la direction du gradient thermique sont majoritaires : la texture des grains colonnaires  $\beta$  est marquée.

La morphologie et la taille des grains  $\beta$  formés en WAAM dépendent aussi des conditions de fabrication. Lorsque les dépôts sont réalisés avec de fortes puissances et de faibles vitesses de déplacement de la torche, le bain liquide est plus volumineux, et les grains b $\beta$  formés sont larges, présentant une morphologie presque  $\alpha$   $\beta$   $\alpha$ . Cette structure pourrait s'expliquer par le plus faible gradient thermique, qui favorise la nucléation de nouveaux grains [89]. En revanche, une augmentation des temps inter-passes mène à des refroidissements plus rapides, ce qui produit des grains primaires  $\beta$  plus fins, et également des lattes  $\alpha$  plus fines [90]. Enfin, l'orientation des grains colonnaires peut varier sensiblement selon les conditions de fabrication. Sur la *Figure 16-II*, les grains issus d'une fabrication WAAM-TIG sont inclinés dans la direction d'avance du fait que les couches soient toutes réalisées dans le même sens de dépôt. L'inclinaison du gradient induite par la courbure des bords en est la cause, et ce phénomène est moins visible sur bain de petite taille, ce qui est le cas du procédé poudre SLM [36].

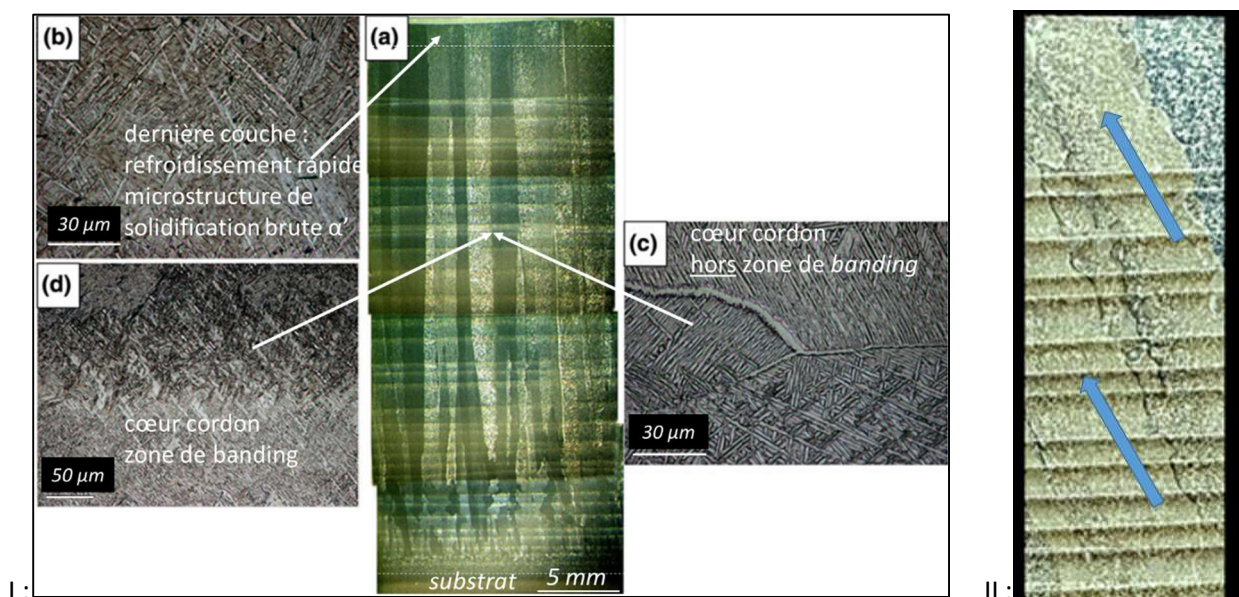


Figure 16 : I = macrographie et micrographies d'un mur en TA6V fabriqué en WAAM-plasma [71] / II = macrographie révélant le phénomène de banding et l'inclinaison des grains dans la direction de déplacement [91]



La phase alpha formée au cours du refroidissement est présente sous la forme de lattes plus ou moins grossières. Elles ont tendance à passer d'une morphologie en colonies à une morphologie en *panier-tressé* lorsque le taux de refroidissement augmente [36][70][69]. La texture forte des grains  $\beta$  formés lors de la solidification est « diluée » par la multiplicité des variants se formant selon les orientations de *Burgers* [36].

Un phénomène appelé « *banding* » [92] est aussi observé. Ces bandes, visibles sur les macrographies de la *Figure 16*, sont liées à une augmentation de la taille des lamelles alpha déjà formées, prenant parfois une forme de *Widmanstaätten* grossière, lorsqu'elles atteignent une température se situant juste sous le transus- $\beta$ , sous l'effet des passes successives [71][86][93].

### 2.4.3 Défauts observés

Les alliages de titane ne présentent pas de sensibilité particulière au phénomène de fissuration à la solidification. En revanche, les propriétés de ces matériaux peuvent être réduites à cause d'un grossissement des grains se produisant sous l'effet d'un maintien prolongé à trop haute température [63].

Les propriétés mécaniques du titane et de ses alliages sont extrêmement dépendantes de sa teneur en oxygène, mais également en azote [94]. Ces éléments peuvent migrer depuis l'atmosphère environnante vers le matériau à l'état liquide, mais également dans les phases solides, lorsque la température est supérieure à 600°C [61]. Une fine couche d'oxyde superficielle se forme alors, sous laquelle se trouve une couche d'alliage fragilisée par l'oxygène et l'azote ayant diffusés depuis la surface, phénomène visible en *Figure 17-a*. Le niveau de fragilisation de la surface peut être qualitativement évalué par l'observation de la coloration de l'échantillon, qui varie selon la quantité d'oxygène absorbée, comme présenté *Figure 17-b* [63]. Afin de se prémunir contre ce phénomène de fragilisation, il est recommandé de souder les alliages de titane sous atmosphère inerte.

Dans le cas de la fabrication additive par procédé *WAAM*, il est de plus recommandé de laisser refroidir les couches déposées en dessous de 300°C avant le dépôt des couches suivantes, afin de limiter la diffusion surfacique de l'oxygène résiduel toujours présent dans l'atmosphère inertée [86]. Selon les conditions d'inertage, des différences de dureté et de comportement en traction ont été relevées dans la littérature, même si les microstructures formées ne semblent pas modifiées [95]. Ainsi, les éprouvettes fabriquées dans les meilleures conditions d'inertage (utilisation d'un trainard et d'une boîte à gant) possèdent des duretés légèrement plus faibles et un meilleur allongement à la rupture en traction. Celles fabriquées avec le moins de protection sont cependant acceptables. Des essais de traction réalisés sur des éprouvettes prélevées à l'intérieur de composants fabriqués avec des conditions d'inertage non optimales ont aussi révélé la présence d'oxydes sur les faciès de rupture, qui semblent responsables de la fragilisation du matériau [96].

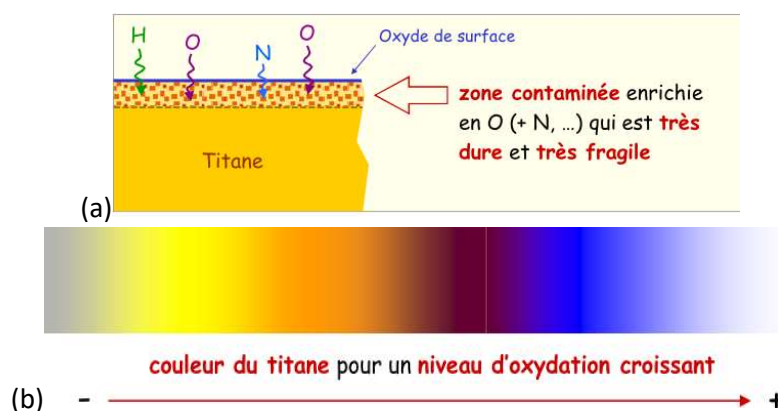


Figure 17 : (a) représentation schématique de la couche fragilisée / (b) échelle qualitative de coloration superficielle du titane [63]

### 3 Structure, cristallographie et endommagement

*Les propriétés mécaniques des matériaux métalliques dépendent des caractéristiques des grains, en particulier de leurs natures cristallographiques, de leurs tailles et de leurs répartitions. Cette partie présente quelques éléments des bases de cristallographie, qui influent sur les mécanismes de déformation et les phénomènes d'endommagement, et qui seront évoqués par la suite pour analyser les comportements observés lors de la caractérisation des matériaux étudiés. Le phénomène de fatigue et les mécanismes d'initiation et de propagation des fissures sont aussi détaillés. Les principales caractéristiques mécaniques des aciers inoxydables austénitiques et des alliages de titane relevées dans la littérature sont enfin présentées.*

#### 3.1 Cristallographie

##### 3.1.1 Elasticité

Les propriétés élastiques des matériaux métalliques sont liées aux caractéristiques des liaisons métalliques entre atomes du réseau. L'organisation des atomes en plans denses mène ainsi à des anisotropies d'élasticité. La réponse élastique d'un monocristal en traction dépend alors de son orientation. A titre d'exemple, dans le cas d'un monocristal cubique face centré (CFC) d'acier inoxydable de nuance AISI-304, un module d'Young de 91,6 GPa est mesuré en traction perpendiculaire au plan {100}, de 195,5 GPa selon le plan {110} et enfin de 314,2 GPa pour le plan {111} [97].

Pour les métaux constitués de polycristaux, cette anisotropie est moins marquée et des valeurs moyennes sont obtenues. Cependant, dans le cas d'une texture prononcée, comme cela peut apparaître dans les produits laminés, des anisotropies de module élastique restent présentes [98].

##### 3.1.2 Plasticité et glissements

Dans les matériaux métalliques à température ambiante, les déformations irréversibles, macroscopiques ou locales, sont souvent dues à la plasticité. Ce phénomène a pour origine le glissement de plans atomiques selon une direction cristallographique dense en atomes, le tout constituant un système de glissement. Dans un même cristal, il existe plusieurs systèmes de glissements, de types identiques ou non. Le glissement se produit sous effort, si la contrainte de cisaillement dans le plan est supérieure à la contrainte de cisaillement critique propre au réseau, notée  $\tau_{CRSS}$ . Le système est alors « activé ». Il a été montré empiriquement que la valeur de  $\tau_{CRSS}$  est pratiquement la même pour tous les systèmes de glissements identiques d'une phase [98]. A l'inverse, des systèmes de types différents ont différentes valeurs de  $\tau_{CRSS}$ .

La valeur du cisaillement appliqué  $\tau$  est dépendante de l'orientation du système de glissement par rapport à la direction de l'effort. En résumé et selon le schéma en *Figure 18-a* il y a glissement si [38] :

$$\left\{ \begin{array}{l} \tau > \tau_{CRSS} \\ \tau = \frac{F}{S_0} \cos(\theta) * \cos(\chi) = \sigma * m \end{array} \right. \quad (2)$$

$F$  est l'effort de traction appliqué perpendiculairement à la section  $S_0$  d'un monocristal. La surface du plan de glissement  $S$  considérée est repérée par sa normale d'angle  $\chi$  par rapport à l'axe de traction, et la direction de glissement considérée est repérée par un angle  $\theta$  avec ce même axe. La contrainte normale à ce plan est notée  $\sigma$ , et la contrainte de cisaillement dans la direction de glissement est  $\tau$ . La contrainte de cisaillement est maximale pour les plans orientés à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de traction, le glissement sera préférentiellement mobilisé dans ces plans. On appelle facteur de Schmid le produit  $m = \cos(\theta) * \cos(\chi)$ .

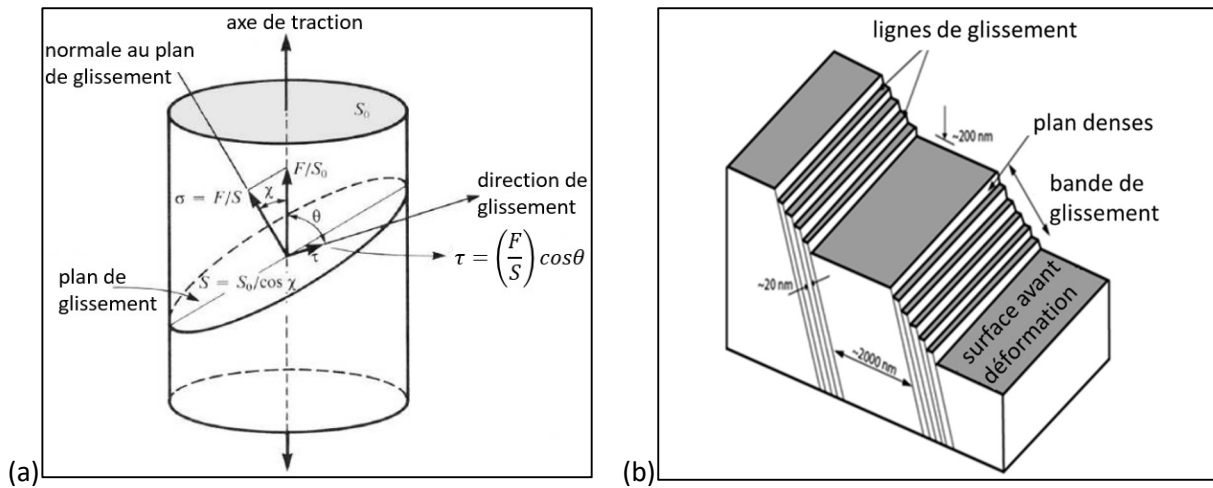


Figure 18 : (a) orientation d'un système de glissement par rapport à l'axe d'effort [99] / (b) schématisation des lignes de glissement et des marches provenant du glissement de plans denses [100]

Les dislocations sont des défauts linéaires du réseau se déplaçant dans les plans de glissements. Leurs créations et leurs mouvements sont les causes de la déformation. Elles interagissent entre elles et se gênent mutuellement. Ainsi, l'augmentation de leur nombre va rendre la déformation de plus en plus difficile.

En surface du matériau, les glissements de dislocations forment des marches, ce sont les bandes de glissement persistantes, notées BGP et visibles en Figure 18-b.

Deux types de dislocations existent, contribuant tous deux au durcissement [98]. Les premières sont les dislocations dites GND, se formant à faible déformation au niveau des joints de grains afin d'accommoder la déformation des différents grains [101]. Il y a alors un gradient de déformation entre la périphérie et le centre des grains. Puis, la déformation augmentant, les dislocations statistiquement distribuées se forment dans les grains et apportent leur contribution, qui devient majoritaire par augmentation progressive de leur densité  $\rho_s$  [102][103]. Cette dernière va augmenter la contrainte de cisaillement à appliquer pour déformer un grain.

La limite d'élasticité  $\sigma_{yield}$ , correspondant à la contrainte nécessaire pour activer le glissement des dislocations, dépend de la contribution de différents facteurs : les forces de Peierls qui caractérisent l'énergie de cœur des dislocations, desquelles dépendent les valeurs de  $\tau_{CRSS}$ , celles impliquées par les atomes de soluté et les précipités produisant une distorsion du réseau, la taille des grains dont les joints constituent des obstacles au glissement, les caractéristiques intrinsèques au matériau et son état, avec la présence de dislocations déjà créées [98][104][105]. Ainsi, la limite d'élasticité d'un matériau non écroui est fortement liée à l'orientation cristallographique des grains, et au facteur géométrique de Schmid qui leur est appliqué, selon le système d'équations (2).

Le glissement des dislocations peut se transmettre d'un grain à un autre, traversant alors la barrière énergétique qu'est le joint de grain [98]. Ce glissement propagé sur deux grains permet d'éviter l'apparition de fissure au joint. Ce transfert est facile lorsque les deux grains sont peu désorientés et de même phase. Entre deux systèmes différents, ce qui peut être le cas entre deux grains de phases différentes, le transfert est facilité lorsqu'il existe une relation d'orientation entre les systèmes. Le transfert peut se faire sur de grandes dimensions, menant alors à de grandes déformations. Cependant, l'initiation de fissure peut parfois se produire en bout du glissement, ce dernier étant stoppé sur un joint ou débouchant en surface [106].

Dans le cas où le transfert n'est pas possible, notamment si peu de systèmes de glissement sont présents, un moyen d'accommoder la déformation est la formation de macles. C'est l'autre mode important de déformation des métaux à réseau CFC ou hexagonal compact noté HC [107].

Sans transmission du glissement, une rupture intergranulaire brutale peut survenir par saturation aux joints de grains de la densité de dislocations ou de macles [108].

## 3.2 Endommagement et phénomène de fatigue

### 3.2.1 Les types d'endommagement

L'endommagement est la détérioration progressive du matériau au cours de son utilisation. Il est difficile de dissocier expérimentalement la plasticité de l'endommagement, bien que les origines des phénomènes soient proches. Des dislocations se créent, se déplacent et se concentrent, et par la même occasion concentrent les contraintes [108][109]. A température ambiante, trois types d'endommagements peuvent être observés [104][109].

Le premier est l'endommagement de type plastique-fragile en sollicitation monotone. La plastification est faible avec seulement quelques pourcents de déformation. Cet endommagement est observé dans le cas des cristaux de type *CC*, tel le fer pauvre en carbone ou bien encore les cristaux de type *HC*. La détérioration se fait par clivage des plans cristallographiques. C'est un endommagement de surface.

Le second est le type plastique-ductile en sollicitation monotone et en cyclage à hautes contraintes, menant notamment au phénomène de Rochet. La déformation est alors généralement supérieure à 10% avec l'apparition d'une zone de striction. Il est commun dans le cas des cristaux *CFC*. La détérioration se fait par création et coalescence de cavités à partir de défauts (éléments d'additions, précipités, empilements de dislocations...). C'est un endommagement de volume.

Le troisième type d'endommagement est le phénomène de fatigue, détaillé dans le prochain paragraphe.

### 3.2.2 Généralités sur la fatigue

Un solide métallique soumis à des efforts répétés sans qu'une déformation macroscopique ne soit observée subit un endommagement de fatigue. Des zones microscopiques accumulent les dislocations et vont à terme développer des microfissures, nécessaires pour accommoder les déformations localisées [110]. Elles vont croître indépendamment, ou se regrouper, jusqu'à une possible rupture du matériau.

Afin de définir la durée de vie des équipements/structures soumis à des efforts répétés, les courbes de *Wöhler* sont souvent utilisées. Elles sont obtenues en réalisant des essais de cyclage jusqu'à la rupture en reportant sur un graphique, communément nommé courbe *S-N*, le chargement cyclique appliqué en fonction du nombre de cycles à rupture atteint. Le chargement est défini par une amplitude de contraintes, et chaque courbe obtenue est dépendante de la forme du cycle de contraintes retenu (traction répétée, traction-compression alternée ...), et du rapport de contraintes  $R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max}$ .

On peut distinguer trois domaines de fatigue correspondant à des niveaux de contraintes différents, reportés en *Figure 19-a* :

- **le domaine LCF** - *low cycle fatigue* -, ou domaine oligocyclique, correspond au domaine où la contrainte maximale est supérieure à la limite d'élasticité du matériau. Quelques dizaines de milliers de cycles au maximum mènent alors à la rupture.

- **le domaine HCF** - *high cycle fatigue* -, ou domaine polycyclique, où la plastification a lieu à une échelle microscopique, et n'est pas décelable à l'échelle de l'éprouvette.

- **le domaine VHCF** - *very high cycle fatigue* -, correspondant à de très faibles amplitudes de contraintes menant à un nombre de cycles à rupture élevé, généralement supérieur à dix millions.

La limite d'endurance, ou limite de fatigue conventionnelle, correspond à l'amplitude de contrainte permettant d'obtenir un grand nombre de cycles avant rupture (fixé par convention à des valeurs comprises entre  $10^7$  et  $10^8$  cycles).

L'obtention de ces courbes, dont un exemple est donnée en *Figure 19-b*, peut nécessiter un grand nombre d'essais car une forte dispersion de comportement peut être observée, en grande partie due à l'influence des défauts microscopiques présents dans chaque éprouvette. Des travaux d'analyses métallurgiques ou énergétiques s'avèrent utiles pour connaître la nature des phénomènes, décrite dans les paragraphes précédents.

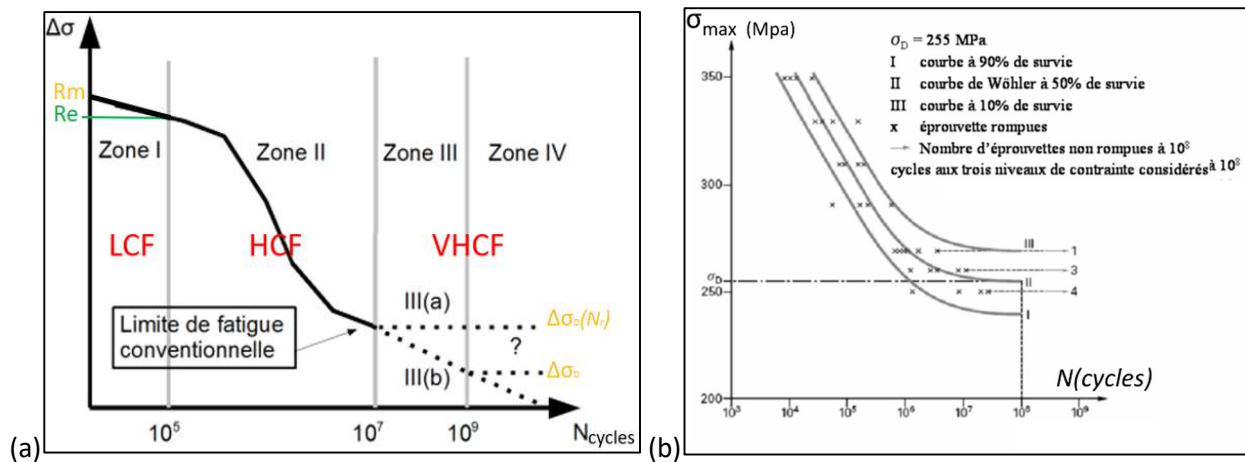


Figure 19 : (a) représentation schématique d'une courbe de Wöhler montrant les 3 domaines de fatigue / (b) courbes expérimentales issues d'essais : une croix correspond à une éprouvette testée [111]

### 3.2.3 Les stades de la fatigue

Trois stades de progression de la fatigue sont admis quel que soit le niveau de contraintes appliqué au matériau : l'initiation des microfissures, la propagation de fissures longues, et enfin la rupture finale. Ils sont résumés par la Figure 20, qui montre l'évolution de l'accroissement de longueur de fissure par cycle  $da/dN$ , ou vitesse de propagation, en fonction de la variation du facteur d'intensité de contrainte sur un cycle  $\Delta K$ , qui dépend de la variation de longueur de fissure [112] :

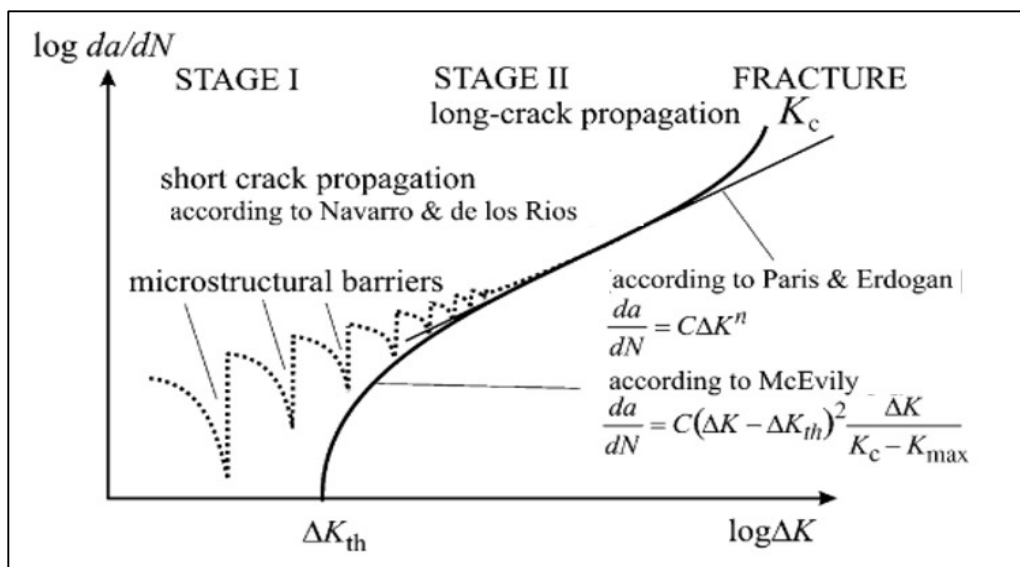


Figure 20 : évolution de la vitesse de propagation des fissures selon les stades du phénomène de fatigue, montrant également le rôle des barrières microstructurales, entre autres les joints [112]

**Le stade d'initiation** est le premier stade de l'endommagement par fatigue. Il peut être lui-même décomposé en 2 parties.

La première partie correspond à la création de microfissures de tailles inférieures aux grains, nécessitant au préalable l'activation de systèmes de glissements. Les BGP formant des marches en surface sont des sites importants de nucléation de microfissures, phénomène visible en Figure 21-a-b. Leur présence peut ainsi fournir une estimation de la quantité de fissures pouvant s'initier en surface, mais ne rendent pas compte de la pénétration de ces fissures dans le volume. L'initiation peut également se faire à l'intérieur du volume, sur les joints de grains [106], macles ou points triples, où arrivent les BG et s'accumulent les dislocations. Des fissures par décohésion des joints sont alors possibles [113][114]. Plus généralement, toute discontinuité ou interface peut être un frein à la propagation des dislocations et, localement, le siège d'une discontinuité de contraintes pouvant donner naissance à une microfissure [115][116][117].

La deuxième partie du stade d'initiation correspond au ralentissement de l'avancée des microfissures, qui sont freinées par des barrières microstructurales. Ces barrières sont les joints de grains, tel reporté en

Figure 21-c, les interfaces entre phases, ou encore les joints de macles. L'avancée des fissures n'est généralement pas régulière, celle-ci ralentissant à l'approche des barrières microstructurales, avant d'accélérer brutalement lors de leur franchissement, comme schématisé Figure 20. Les joints sont d'autant plus difficiles à franchir si les deux grains adjacents sont fortement désorientés entre eux [112]. La durée de ce stade d'initiation dépend de la capacité du matériau à ralentir la propagation des microfissures [113][118].

Selon certains auteurs, une multi-fissuration est nécessaire pour atteindre le stade de propagation d'une microfissure [113], et l'endommagement peut alors se quantifier par mesure de la densité surfacique des microfissures. A l'inverse, certains auteurs postulent que la densité de microfissures importe peu, le déclenchement du stade de propagation étant uniquement lié à la progression d'une seule microfissure jusqu'à une longueur seuil [119].

Les microstructures à grains fins sont plus résistantes à l'initiation, car les BGP s'y forment moins facilement [120] et le taux de propagation intragranulaire en phase d'initiation y est également plus faible [106][121][122].

Le stade d'initiation représente environ 10% de la durée de vie en fatigue des structures soumises à des contraintes maximales autour de la limite d'élasticité, et jusqu'à 80% à plus basses contraintes [113]. Si les matériaux contiennent des défauts (inclusions, porosités ...), les fissures sont déjà présentes, ou vont se créer rapidement. Le stade d'initiation est ainsi réduit ou inexistant, comme dans le cas d'application de hautes contraintes.

Il est couramment admis que le passage du stade initiation au stade propagation a lieu lorsque les fissures ont atteint une longueur supérieure à la taille d'un grain [106][123].

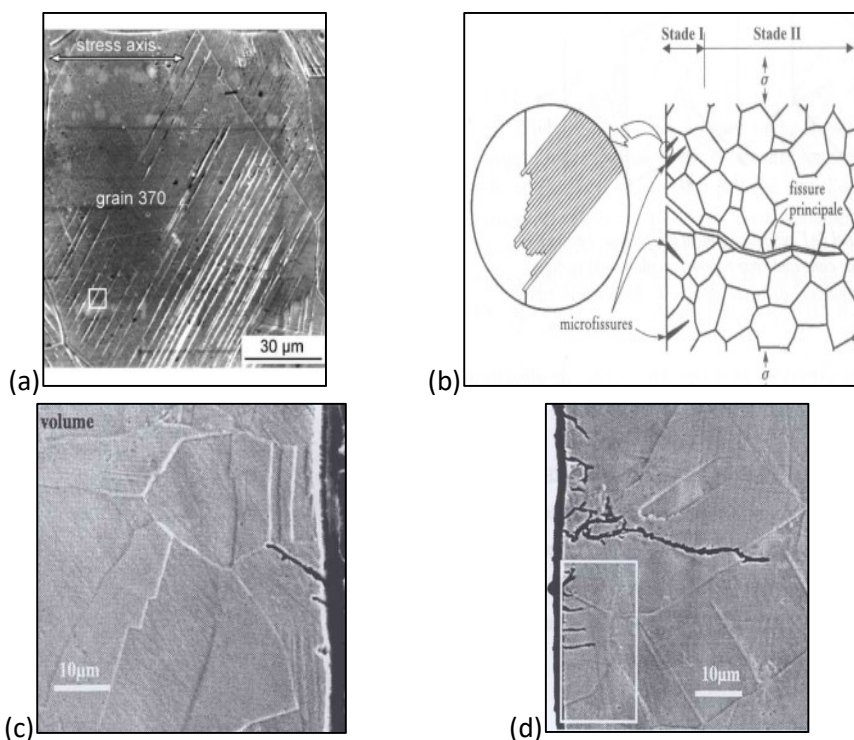


Figure 21 : (a) micrographie de surface présentant des BGP sur 316L au stade d'initiation [124] / (b) schéma présentant l'initiation d'une microfissure depuis la surface, puis sa propagation à travers les grains [99] / (c) micrographie montrant une microfissure créée à partir d'une BGP orientée défavorablement, puis s'arrêtant sur joint / (d) micrographie montrant une multi-fissuration en surface avec début de propagation dans le volume [113]

**Le stade de propagation** suit la phase d'initiation.

Une microfissure croît plus que les autres, comme représenté en Figure 21-d. La propagation se fait dans une direction sensiblement perpendiculaire à la direction de la contrainte appliquée, mais en suivant au sein de chaque grain les plans de forte densité atomique, formant des marches en sautant d'un plan à l'autre, phénomène visible en Figure 22-a. Elle peut aussi suivre les joints de grains, sans les franchir. La loi de Paris est généralement utilisée pour caractériser l'évolution de la vitesse de propagation d'une fissure [125].

Ce stade représente environ 80% de la durée de vie en fatigue des structures soumises à des contraintes maximales proches de la limite d'élasticité [113].

Enfin, **le stade III est celui de la rupture**. De la même façon que durant le stade de propagation, la fissure principale se propage de manière intragranulaire, mais sa vitesse de propagation s'accroît très rapidement. La fissure atteint finalement une taille critique, conduisant à sa propagation instantanée et à la rupture brutale. Ce stade représente environ 10% de la durée de vie des structures soumises à des contraintes maximales proches de la limite d'élasticité [113].

L'observation des faciès de rupture peut révéler l'origine de l'endommagement initial. Les zones correspondant au stade d'initiation ne présentent pas de strie, et sont assez lisses, généralement avec aspect de clivage intragranulaire. Les parties du faciès correspondant au stade de propagation présentent des stries, produites par l'émoussement et le ré-aiguïsage de la fissure à chaque cycle. Le pas de ces stries peut être corrélé à la vitesse de propagation.

Sur la *Figure 22-b*, le faciès « stage-1 » est typique d'une initiation en surface, et même des angles d'une arête d'éprouvette, alors que la *Figure 22-c* révèle une initiation dans le volume, ici sur une inclusion.

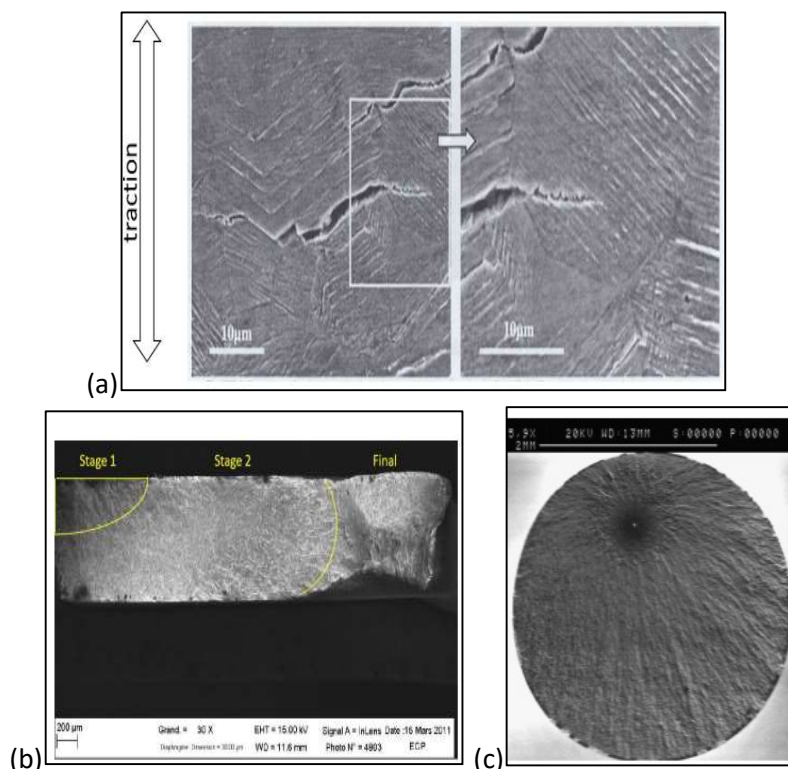


Figure 22 : (a) micrographies de la surface d'une éprouvette en acier inoxydable austénitique testée en fatigue oligocyclique : initiation de fissures sur BGP orientée défavorablement et zoom sur la propagation se produisant perpendiculairement à l'effort [113] / (b) faciès de fractographie : initiation depuis la surface et (c) depuis une inclusion présente dans le volume [99]

La propagation depuis la surface est prépondérante à hautes contraintes, à partir d'une initiation sur BGP débouchante ou sur une inclusion proche de la surface, alors qu'à plus basse contrainte la rupture provient plutôt d'une initiation en volume du matériau, sur défaut interne [126][127]. Cependant, sur éprouvettes minces où la probabilité de défaut est faible, le mécanisme prépondérant d'initiation à basse contrainte est également la fissuration depuis la surface.

### 3.2.4 Comportements en cyclage et modes de sollicitation

Les sollicitations cycliques peuvent donner lieu à différents types de comportement caractérisés principalement par différents types d'érouissage, comme l'illustre la *Figure 23* [109].

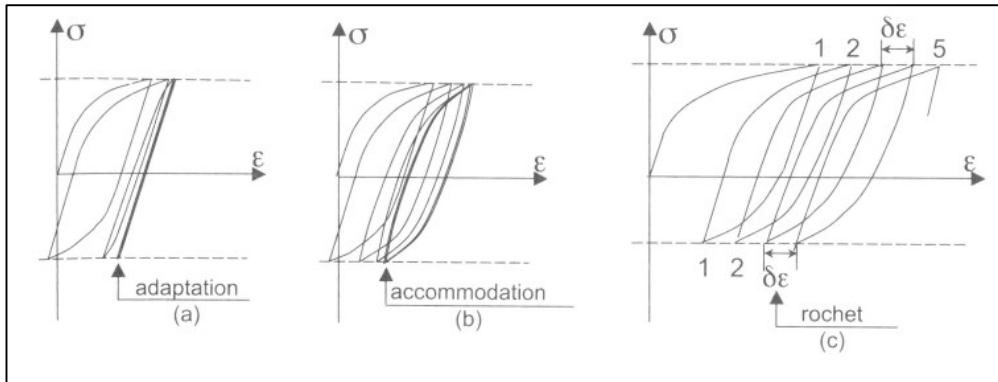


Figure 23 : différents types de comportement en cyclage à contraintes imposées [109]

Le phénomène (a) est l'adaptation élastique : après quelques cycles produisant de la déformation plastique, le cyclage continue uniquement dans un domaine élastique, sans stockage ou dissipation d'énergie d'un point de vue macroscopique. On se trouve dans le domaine de fatigue *HCF*, et également en *LCF* si le mode de cyclage est traction-traction.

Le phénomène (b) est l'accommodation plastique : il correspond à une stabilisation du cyclage sous-forme d'hystérésis. La déformation évolue rapidement dans les premiers cycles, avec un durcissement (plasticité par écrouissage) ou un adoucissement (restauration ou annihilation). Puis, il n'y a plus accroissement de la déformation moyenne lors des cycles, et l'amplitude de déformation est constante, c'est la phase de stabilisation, où a lieu l'amorçage des fissures de fatigue en *LCF* [100]. Ce phénomène est observable en mode de cyclage traction-compression, pour lequel existe une plastification macroscopique à chaque cycle. Bien que l'énergie et le trajet mécanique soient les mêmes à chaque cycle, l'aire non nulle révèle qu'une partie de l'énergie mécanique est dissipée et/ou stockée. L'état est donc stable mécaniquement, mais pas nécessairement thermodynamiquement.

Le phénomène (c) est le phénomène de Rochet : chaque cycle entraîne une augmentation de la déformation plastique moyenne de l'éprouvette. L'endommagement évolue rapidement et est considéré comme un « fluage cyclique ». Il est particulièrement observé en cyclage dissymétrique, c'est-à-dire avec un rapport de contraintes négatif, et différent de -1. Les phénomènes observés sont différents [128], à la fois dus à de l'endommagement de fatigue, et au comportement plastique-ductile.

Afin de comparer l'effet du mode de sollicitation traction-traction et du mode de traction-compression sur acier *316L*, une étude a caractérisé la hauteur des *BGP* se formant au cours de cyclages *HCF*. La forme des reliefs obtenus en surface est différente. Des pics et vallées, correspondant plus à des intrusions, sont obtenus en traction-compression et mènent à des ruptures plus précoces [110][129].

### 3.3 Cas des aciers inoxydables austénitiques et du 316L

#### 3.3.1 Déformation et systèmes de glissement

La phase austénitique est majoritaire au sein du *316L*. Elle est cubique face centrée et comporte 4 plans denses, de type {111}. Pour chacun de ces plans, 3 directions de glissement sont privilégiées, issues de la famille [110], formant donc au total 12 systèmes de glissement primaires [130]. La phase ferritique est cubique centrée. Elle comporte 3 familles de plans denses, {110}, {112} et {123}, pouvant glisser dans les directions de type [111]. Au total, il existe 48 systèmes de glissement, dont 12 systèmes primaires à plans denses {110}.

La structure *CFC* de l'austénite, bien qu'ayant moins de systèmes de glissement, nécessite à température ambiante moins d'énergie pour glisser que la phase ferritique de structure *CC*. En effet, la valeur de cisaillement critique  $\tau_{CRSS}$  de la phase *CFC* est plus faible que celle de la phase *CC*, et son coefficient de Taylor, qui est l'inverse de la moyenne des facteurs de Schmid, plus élevé, ne compense pas cette différence [98][38]. Ainsi sa limite d'élasticité est plus faible.



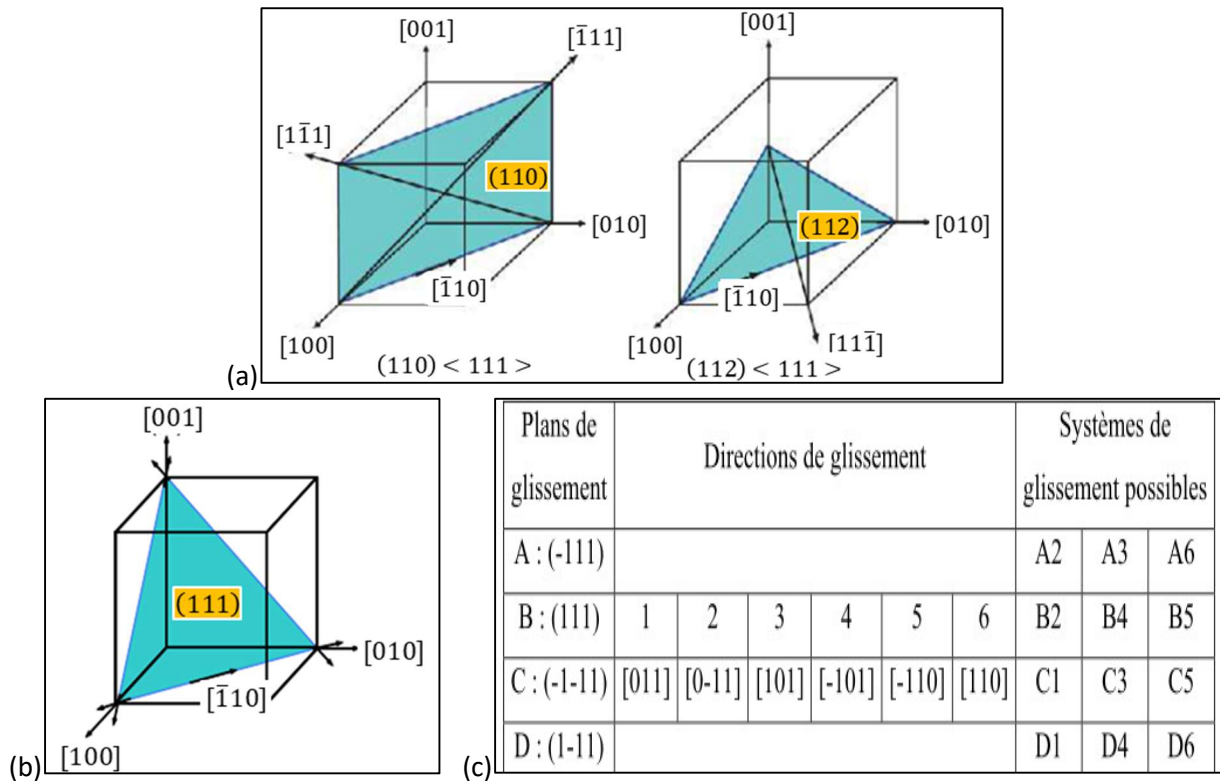


Figure 24 : (a) schéma présentant deux types de plans de glissement de la phase ferritique (110) et (112) / (b) schéma présentant un plan de glissement de la phase austénitique (111) / (c) ensemble des systèmes de glissement pour la phase austénitique

Dans le cas des aciers inoxydables, des relations d'orientations interphases  $\gamma$  et  $\alpha$  ont été identifiées par *Kurjumov-Sachs* [131][132], d'où le nom de relations *KS*. Ces relations facilitent le glissement de plans entre phases. Pour une orientation définie d'un cristal d'austénite, il existe 24 orientations possibles d'un cristal de ferrite adjacent correspondant à une relation *KS*. Ce sont les familles de couples  $\{111\}_\gamma <110>_\gamma$  avec les familles de couples  $\{110\}_\alpha <111>_\alpha$ .

### 3.3.2 Comportement en traction et en fatigue

#### Produits laminés

Les phases étant identiques, les observations faites sur produits non soudés permettent de comprendre certains comportements de produits soudés, bien que les morphologies microstructurales soient différentes.

Lors du cyclage mécanique d'un acier inoxydable austénitique à l'état recuit, une première phase de durcissement est généralement observée [100][133][134]. Les plans de glissements sont activés et des dislocations *GND* sont formées. L'amorçage de microfissures de fatigue arrive après cette phase de durcissement [110], qui conduirait à la formation de murs de dislocations [135], et de *BGP* [110]. Il s'en suit une phase d'adoucissement produite par l'accommodation de la déformation par les *BGP*, l'annihilation des dislocations, leur dispersion par glissements dans d'autres plans (déviation, ou activation d'autres plans de glissement, également observé sur le cuivre [136]) ou la formation de macles [100]. Une stabilisation est ensuite souvent observée.

Des textures de type « Cube » ou « Goss » sont souvent obtenues sur produits laminés [137]. Il en résulte des plans denses orientés perpendiculairement à l'axe principal de traction, notés  $\perp\{\dots\}$ .

La famille  $\perp\{100\}$  possède en théorie 8 systèmes activables, avec plans de type  $\{111\}$ . De nombreux glissements se gênent alors mutuellement, entraînant un effet durcissant en fatigue *HCF*, ainsi qu'une faible densité de *BGP* en surface [133][138]. Suite au durcissement, la présence de dislocations partielles peut mener à la formation de macles répartissant les contraintes et accommodant la déformation [107]. De plus, le bas module de 100 GPa abaisse, comparativement aux autres systèmes, le taux de propagation des fissures lors de tests à déformations imposées [138].

La famille  $\perp\{110\}$  possède en théorie 2 systèmes activables. Elle est propice aux glissements simples et longs. Il en résulte de nombreuses *BGP* en surface ainsi qu'un durcissement moindre que la famille  $\perp\{100\}$  en cyclage *HCF* [138].

Enfin, pour le matériau 316L laminé, il est observé un nombre plus important de microfissures initiées dans les grains grossiers [139]. Le facteur de Schmid semble de plus être un bon indicateur de l'initiation [100][140].

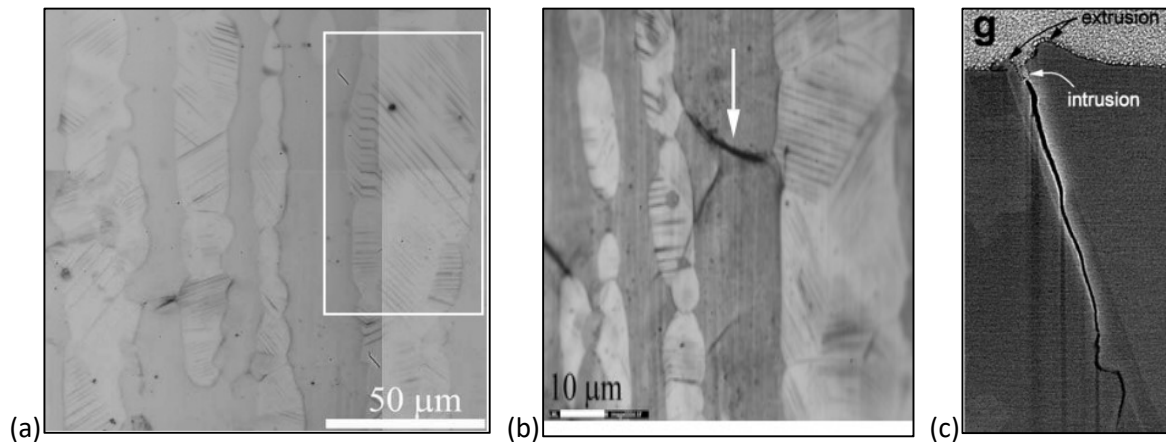


Figure 25 : micrographies : (a) fissures amorcées en phase austénitique / (b) initiation à un joint ferrite-ferrite [100] / (c) fissure s'amorçant sur une intrusion en surface [141]

L'étude du comportement des aciers inoxydables duplex est intéressante car ils contiennent une part importante de phase ferritique, tout comme les pièces produites par *WAAM*. En cyclage *HCF* ou *LCF* à basse amplitude de déformation, la phase austénitique accommode en premier la déformation par arrangements planaires des dislocations dans les plans  $\{111\}$  [100]. En quelques cycles, des *BGP* apparaissent en surface, et sont le siège d'initiation de fissures [113][142][143]. Les déformations sont localisées du fait de l'hétérogénéité du matériau, et s'homogénéisent au fil de l'essai. Les glissements sont plus tardifs dans la phase ferritique. La famille de plans  $\{123\}$  y est la plus activée. Les systèmes activés sont multiples au sein d'un même grain, avec possibles déviations. Les fissures initiées en surface s'arrêtent pour la plupart sur les joints de grains ou de macles, ou sur les interfaces entre phases, ce qui est visible Figure 25-a, à une centaine de microns de la surface, correspondant à une dizaine de grains. En cyclage *LCF* à plus hautes amplitudes, la déformation est accommodée par les deux phases [100][144]. D'autres plans sont alors activés dans la phase austénitique mais l'initiation de fissures se fait dans la phase ferritique, aux joints de grains notamment, comme présenté Figure 25-b, malgré la présence de nombreuses *BGP* en phase austénitique.

Entre deux grains de phases différentes, si des relations d'orientation *KS* existent, le glissement peut se transmettre, ce qui évite la création d'une microfissure [100]. Sans ces relations, des amorçages de fissures intergranulaires et interphases sont observés en cyclage *LCF* [145].

### **Produits soudés**

Les structures dendritiques issues de la solidification peuvent conduire à des comportements mécaniques différents de ceux des structures de laminage ou de recuit. En traction, les microstructures de solidification les plus fines présentent les meilleures propriétés mécaniques [146][147]. En particulier, la diminution de la taille des sous-structures tel l'espacement des bras secondaires des dendrites, représentés en Figure 5-b, augmente les propriétés mécaniques en traction [30].

Cependant, dans le cas de la fatigue à grand nombre de cycles *HCF*, les structures fines en lattes ont des durées de vie plus courtes que des structures plus grossières d'aspect vermiculaire. Cette différence de durée de vie n'est pas observée en cyclage *LCF* [147].

Au stade de la propagation, les fissures suivent les interfaces des dendrites  $\delta/\gamma$  lorsque ces dernières sont perpendiculaires à la sollicitation. Si les dendrites sont parallèles à la direction de chargement, la fissure se propage en contournant ces interfaces, en bifurquant dans la matrice austénitique par le biais des bandes de glissements présentes [148][149]. Un bon comportement à la propagation est observé pour les

structures à larges bras secondaires, menant à une tortuosité et une surface importantes des fissures avant rupture, ce qui ne favorise pas le mode I [150].

### **Produits issus de la fabrication additive**

**Des échantillons en 316L élaborés en FA poudre** présentent une très forte texture, ce qui a permis de réaliser des essais de traction selon trois directions cristallographiques du matériau [52]. Les éprouvettes présentant la plus grande limite d'élasticité sont celles dont une majorité des grains possèdent des directions  $\perp\{111\}$ , dont la courbe de traction est reportée *Figure 26-c*. Ces orientations présentent le plus bas facteur de Schmid par rapport aux éprouvettes constituées majoritairement de plans  $\perp\{100\}$  et  $\perp\{110\}$ . Ce dernier type d'éprouvettes possède la plus basse limite d'élasticité, ce qui est expliqué par une section moyenne des grains supérieure dans cette direction. Après un stade I de réorganisation des dislocations, le coefficient d'écrouissage est monotone pour des grains à orientation  $\perp\{100\}$ . Ce n'est pas le cas pour les deux autres orientations. Ce changement est attribué à la formation de macles, qui seraient à l'origine de la plus grande ductilité observée en *Figure 26-b-c*. Le stade III est attribué au glissement des dislocations.

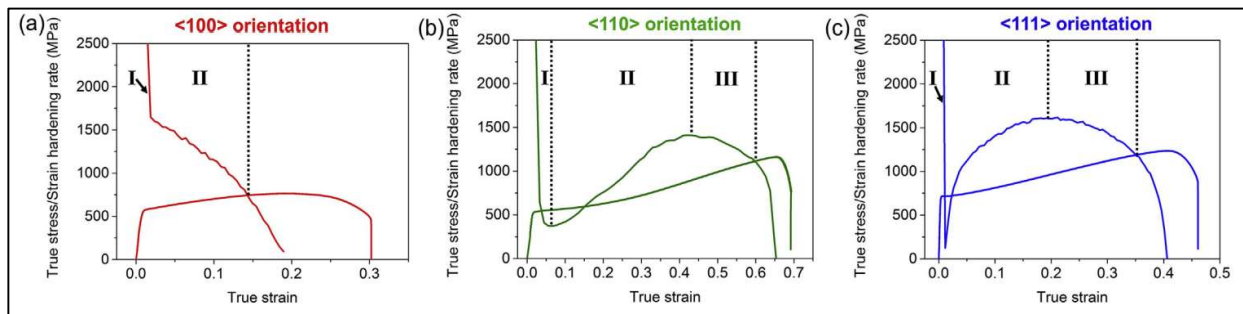


Figure 26 : courbes de traction vraie et taux d'écrouissage selon l'orientation du grain principale [52]

Les défauts tels des manques de fusion diminuent les propriétés en fatigue d'un acier 304L fabriquée par FA poudre [151]. En l'absence de ces défauts, le comportement en fatigue est proche de celui des composants forgés, malgré la présence de petites porosités d'un dixième de micron. Un traitement de détensionnement produit une augmentation de la durée de vie en fatigue HCF, alors qu'il ne modifie pas la ténacité, étudiée à partir d'éprouvettes de type-CT, quelle que soit la direction. Ce résultat semble montrer que les contraintes résiduelles pourraient affecter plus fortement la phase d'initiation que la phase de propagation.

**Sur aciers inoxydables fabriqués par technologie WAAM**, des essais de traction n'ont pas révélé de propriétés mécaniques inférieures aux exigences des normes industrielles comparées [30][44][53][54][152], si ce n'est pour le module d'Young. Il chute jusqu'à 131 GPa, ce qui est attribué à la forte texture des matériaux produits [152][153]. Mise à part l'allongement à rupture, les propriétés mesurées sur éprouvettes extraites de « murs » sont meilleures dans la direction horizontale, parallèle aux couches [53][153]. La cause avancée est la présence de dendrites orientées dans la direction verticale, qui bloqueraient les dislocations [53]. La présence de phase sigma diminue l'allongement à rupture et la limite élastique [44].

Des essais de fatigue ont aussi été menés sur matériau 304L issu de murs fabriqués par WAAM-MIG/MAG, présentant des grains grossiers colonnaires avec 10% de ferrite [55][152]. Des éprouvettes sont prélevées horizontalement, dans la direction des couches déposées, ou verticalement. Les contraintes maximales ont été choisies égales à 65% ou 85% de la contrainte à rupture en traction pour chacune des orientations. Les résultats ont montré que les éprouvettes testées dans la direction verticale se déformaient plus. Ceci est reporté en *Figure 27-a* où sont indiqués les stades d'amorçage de microfissures (I) et de la propagation (II). Le phénomène de Rochet se produit pour les éprouvettes sollicitées dans la direction horizontale des murs, à 85% de leur résistance mécanique.

Ces travaux mettent en évidence une tendance d'un meilleur comportement en fatigue des éprouvettes sollicitées dans la direction verticale des murs. De même que sur tôles soudées, il est avancé que lorsque les éprouvettes sont sollicitées dans la direction horizontale, les fissures suivent les dendrites, qui sont alors perpendiculaires à l'effort.

Il a également été observé, comme reporté en *Figure 27-b*, que les fissures ont tendance à s'émousser et s'arrêter en traversant les zones de liaisons des différentes passes de dépôt.

Une autre étude menée sur un acier inoxydable duplex a montré que les porosités piégées lors de la FA WAAM sont des défauts de premier ordre en fatigue [154]. En leur présence, la phase d'initiation est réduite, voire inexistante.

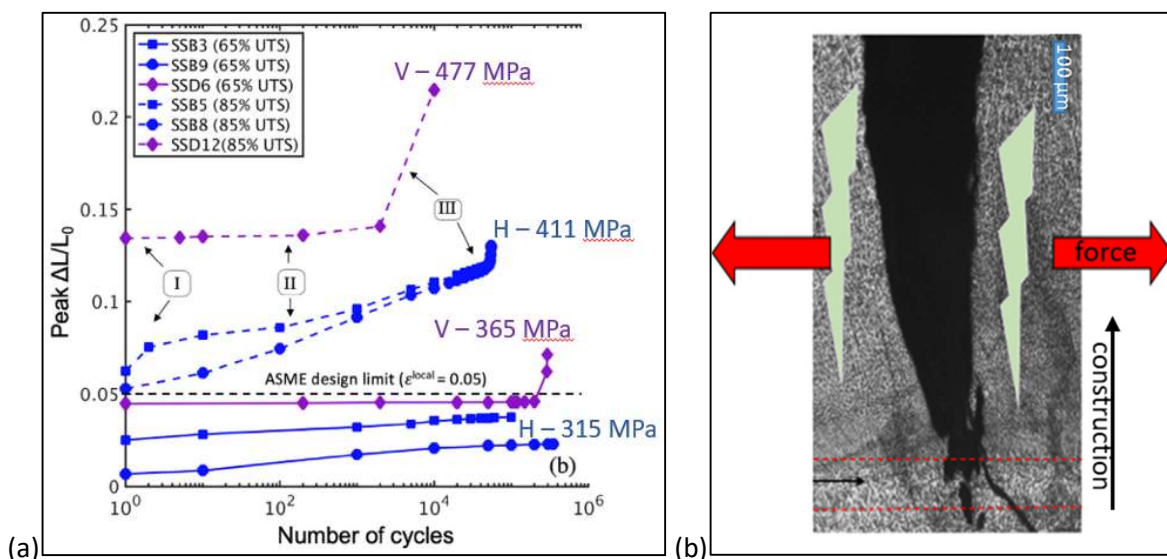


Figure 27 : (a) tests de fatigue HCF et LCF sur éprouvettes prélevées dans des murs 304L fabriqués par WAAM-MIG/MAG : courbes d'évolution de la déformation selon la direction de sollicitation (Verticale ou Horizontale) [55] / (b) micrographie d'une pointe de fissure stoppée dans la zone de liaison entre couches déposées [152]

### 3.4 Cas des alliages de titane $\alpha + \beta$ et du TA6V

#### 3.4.1 Déformation et systèmes de glissement

Les matériaux TA6V issus de la FA sont majoritairement composés de la phase alpha. Celle-ci s'organise en réseau hexagonal compact HC à température ambiante. Ce type de cristal comporte moins de systèmes de glissements que les réseaux CC et CFC, expliquant sa moindre ductilité [38]. Deux mécanismes de déformations plastiques peuvent se mettre en place, le maclage et le glissement. Ce dernier se produit dans trois types de plans : basaux, prismatiques et pyramidaux (*Figure 28*). Il a été démontré un bon respect de la loi de Schmid pour ces trois plans. De plus, il a été mesuré des valeurs de cisaillement critique  $\tau_{CRSS}$  supérieures pour les plans basaux et pyramidaux comparativement aux plans prismatiques [155][156].

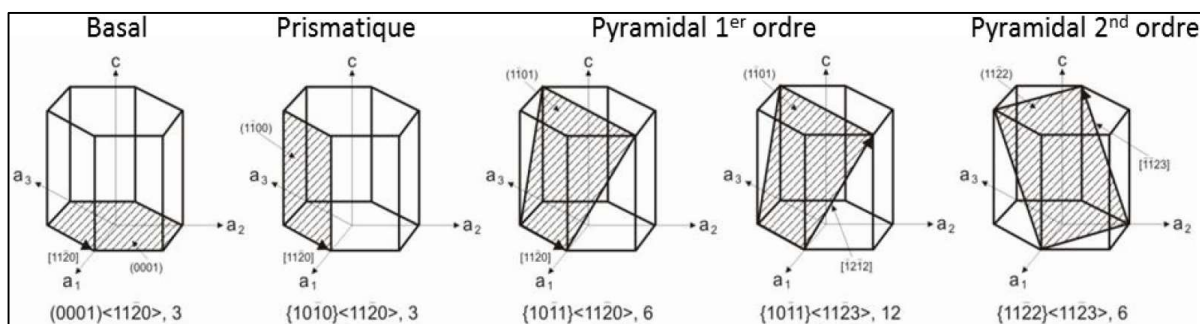


Figure 28 : systèmes de glissement possible dans le cristal HC [157]

Les propriétés élastiques de la phase alpha sont fortement anisotropes. A.Helstroffer a résumé plusieurs travaux sur la *Figure 29-a*, montrant la variabilité du module d'Young selon l'inclinaison du prisme par rapport à l'axe de sollicitation [158]. Une variation du module d'Young de l'ordre de 30% est ainsi observée selon l'orientation cristallographique.

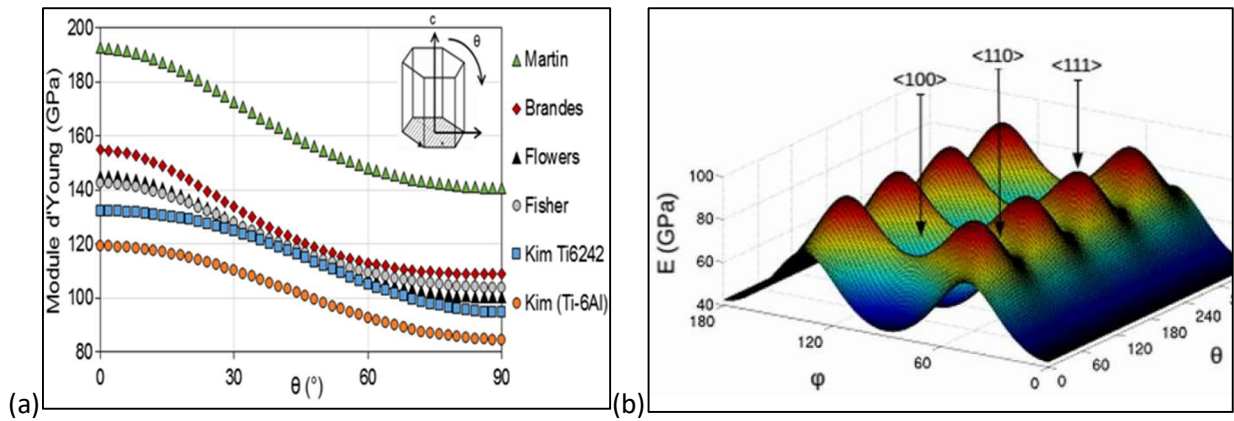


Figure 29 : (a) variation du module d'Young : de la phase  $\alpha$  du titane selon la direction de sollicitation par rapport à l'axe principal  $c$  du prisme selon différentes études / (b) de la phase  $\beta$  selon la direction de sollicitation définie par 2 angles dans le système cubique [158]

La phase bêta est une phase CC dont le principal mode de déformation est le glissement dans les plans  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  et  $\{123\}$  [159]. Les systèmes de glissement les plus faciles à activer sont dans les plans  $\{110\}$ , avec présence de glissements multiples [160]. Cette phase présente également un comportement élastique anisotrope. La Figure 29-b montre que les directions correspondant aux plus hauts modules d'Young sont les directions perpendiculaires aux plans  $\{111\}$  alors que celles à plus bas modules sont perpendiculaires aux plans  $\{100\}$  [161].

Le diagramme de phase du TA6V montre que la phase  $\alpha$  se forme depuis le refroidissement de la phase  $\beta$ , phase « mère ». Selon l'orientation originelle de cette dernière, la phase  $\alpha$  s'oriente selon les relations de Burgers, reportées au Tableau 3 [75][76][77]. Des anisotropies fortes, tant en termes de module d'Young que de limite élastique [158], peuvent être observées en cas de sélection préférentielle de variants [81].

$\{110\}_\beta$	$\{0001\}_\alpha$
$\langle 111 \rangle_\beta$	$\{0001\}_\alpha$
$\langle \bar{1}\bar{1}\bar{1} \rangle_\beta$	$\{2\bar{1}\bar{1}0\}_\alpha$
$\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle_\beta$	$\{01\bar{1}0\}_\alpha$

Tableau 3 : relations d'orientation de Burgers : famille de plans bêta et alpha parallèles

### 3.4.2 Comportement en traction et fatigue

#### Produits laminés

Une modélisation schématisée Figure 30 permet de calculer les facteurs de Schmid dans un monocristal de phase  $\alpha$ , selon l'orientation du cristal prismatique par rapport à l'axe de l'effort appliqué [162]. Ces facteurs sont élevés pour les plans basaux ou prismatiques. Le maximum est atteint pour les plans basaux lorsque le prisme est orienté à  $45^\circ$  par rapport à l'effort [162].

Cependant, dans les alliages dont la microstructure est composée de colonies de lamelles de largeur supérieure à plusieurs microns, les nombreux glissements des plans basaux et prismatiques semblent indépendants du facteur de Schmid ou des orientations morphologiques des lamelles par rapport à l'effort [163].

La transmission du glissement au sein des colonies à travers les ex-joints  $\beta$  est plus difficile, et peut ainsi déterminer la limite élastique macroscopique. Cette transmission du glissement au travers de joints grossiers  $\alpha_{GB}$ , de l'ordre du micron, est facilitée si des relations d'orientation de Burgers existent, sans pour autant que ces dernières soient indispensables [90]. A l'intérieur des ex-grains  $\beta$ , il semble que les plans glissent indépendamment au travers des fins liserés  $\beta$  séparant les lamelles  $\alpha$ .

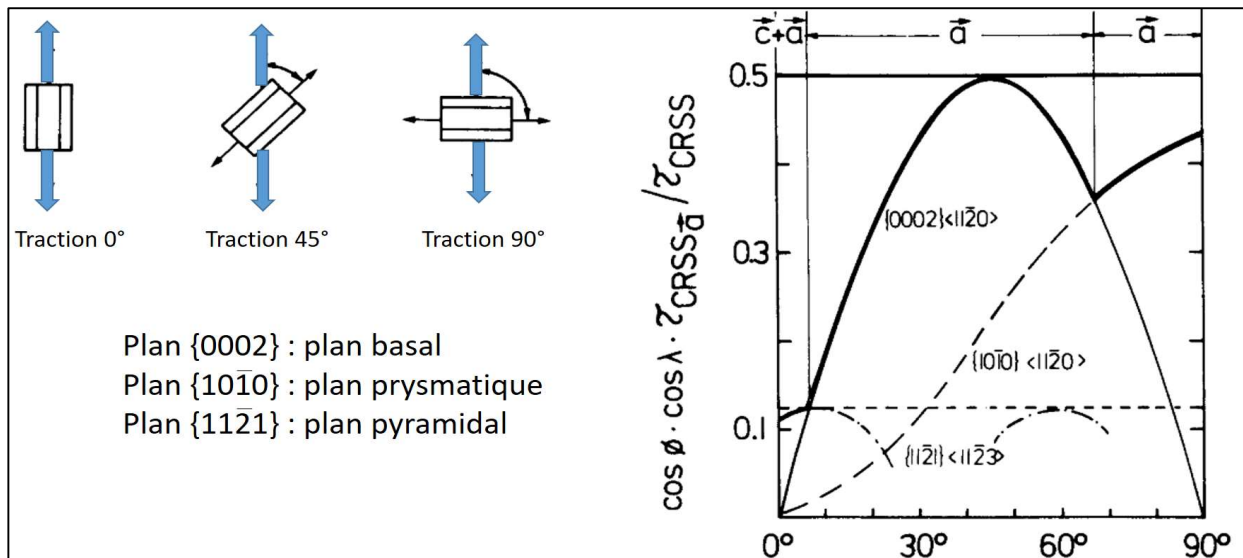


Figure 30 : calcul du facteur de Schmid selon le type de plan et l'axe de sollicitation sur un monocristal  $\alpha$  [162]

En fatigue, sur différentes microstructures nodulaires [164], lamellaires ou équiaxes [165], bien qu'il soit observé que les plans prismatiques glissent et amorcent également des fissures, les plans basaux mènent à une rapide propagation par facetage. Ce clivage est favorisé si les grains, colonies [163][166] ou macrozones [167] sont défavorablement orientés et s'ils sont de grandes dimensions. Ce phénomène, également observé en traction, est présenté Figure 31 avec la comparaison des faciès selon la taille et la morphologie des grains  $\alpha$  [165].

D'autres auteurs ont observé que l'initiation de microfissures dans les plans basaux était favorisée dès que les facteurs de Schmid sont supérieurs à 0.2, avec une inclinaison de l'axe  $c$  du cristal par rapport à l'axe de sollicitation comprise entre 15 et 40° [164][167]. La propension théorique au glissement, identifiée comme forte pour une orientation à 45° d'après la Figure 30, n'apparaît pas être une cause unique de l'initiation de fissures de fatigue. Un autre paramètre est le module d'Young, il est notamment haut lors de sollicitations perpendiculaires aux plans basaux, ce qui réduit la durée de vie en test de fatigue HCF [162].

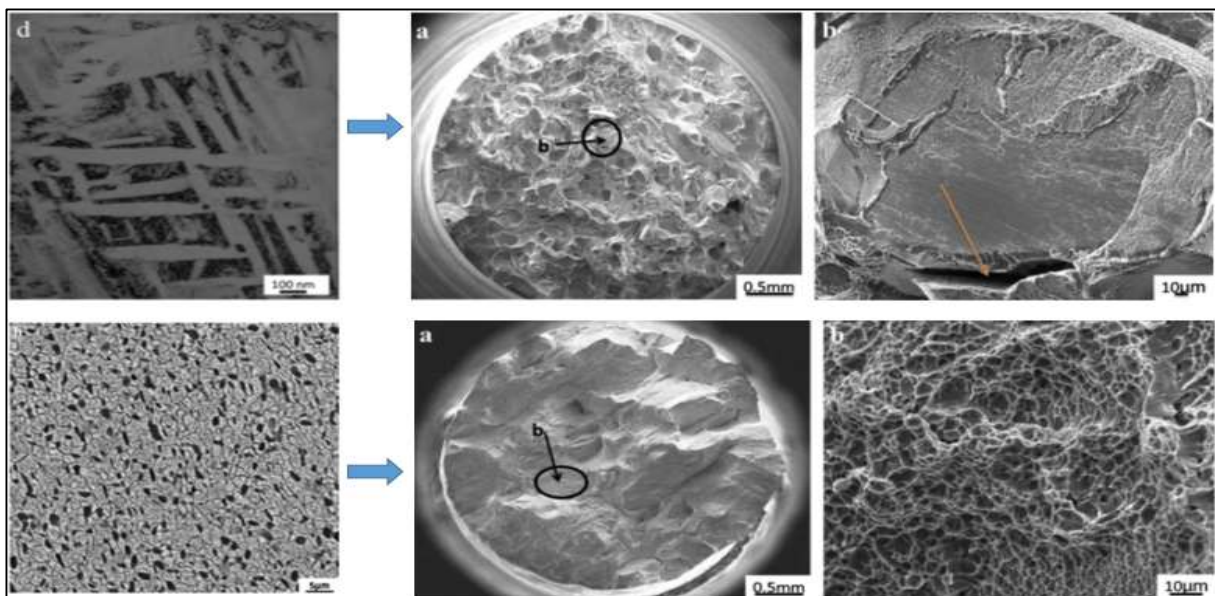


Figure 31 : Différences de faciès de rupture en traction selon la microstructure obtenue par traitement thermique sur alliage  $\beta$  Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr [165]

Lütjering a observé à partir d'essais de fatigue HCF ou LCF que dans les structures en lattes, la durée de la phase d'initiation est plus grande lorsque la taille des colonies et/ou des lattes est plus fine, ce qui produit alors des glissements plus courts [168]. Durant le stade de propagation cependant, les structures à colonies grossières peuvent favoriser la forte déviation des fissures aux joints, ce qui prolonge ce stade [69][73][166]. Plus généralement, les structures lamellaires présentent les meilleures résistances à la propagation grâce à une plus grande tortuosité des interfaces [73]. C'est cependant les structures

bimodales qui présentent le meilleur comportement global en fatigue, lors de tests à rapport  $R = -1$ , dont les courbes de *Wöhler* sont reportées en *Figure 32-a* [169].

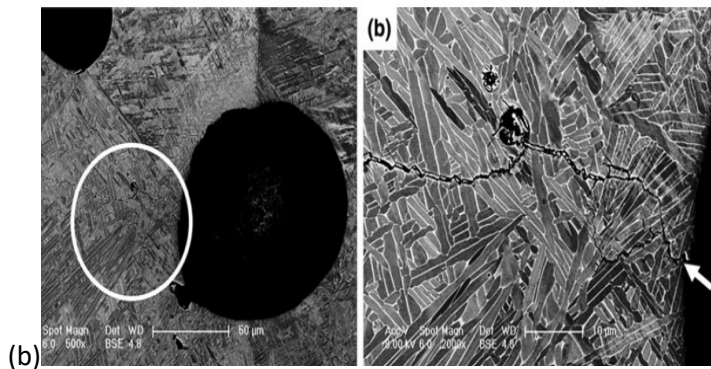
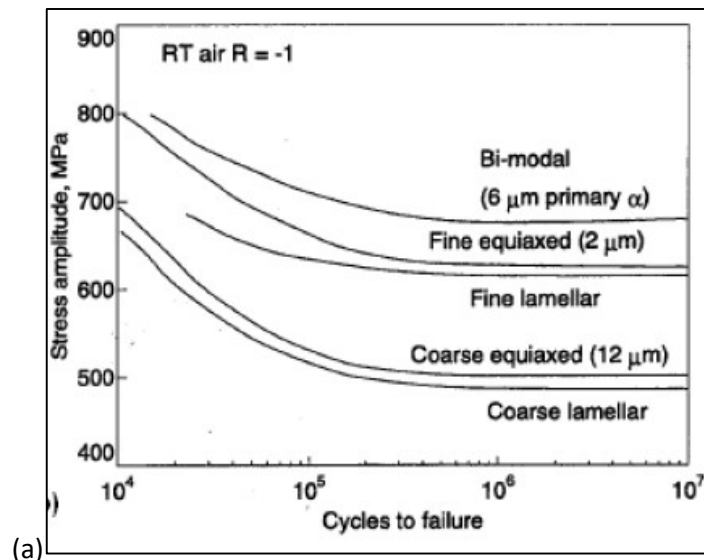


Figure 32 : (a) courbes de *Wöhler* sur TA6V présentant différents types de microstructures [169] / (b) micrographie de fissure de fatigue sur TA6V fabriqué en WAAM-TIG [71]

### **Produits issus de la fabrication additive**

Les microstructures obtenues dans les pièces en TA6V élaborées par fabrication additive présentent une structure composée d'ex-grains  $\beta$  colonnaires, au sein desquels se sont formées des lattes  $\alpha$  fines, présentant de bonnes caractéristiques mécaniques [170]. Cependant, la limite élastique obtenue est souvent en-deçà des exigences des normes *ASTM* pour pièces forgées [171] ou moulées [172], notamment pour les pièces fabriquées par procédé *WAAM-TIG* [71][95][173].

**Les essais de traction** menés sur des éprouvettes de TA6V à structure colonnaire obtenues par *WAAM-TIG* révèlent que la limite élastique et la résistance maximale sont supérieures dans la direction parallèle au dépôt, alors que l'allongement à rupture est meilleur dans la direction verticale [74][71]. Le faible allongement dans la direction horizontale est expliqué par la propagation rapide des fissures le long des liserés verticaux de phase  $\alpha_{GB}$  formés au niveau des ex-joints de grains  $\beta$  [174]. Cette caractéristique peut être améliorée dans les éprouvettes issues de *FA SLM*, par changement de paramètres de fabrication, qui mène à une augmentation de la largeur des lattes des structures en *panier-tressé* [175].

Les orientations morphologiques et cristallographiques des lattes  $\alpha$  organisées en structure *panier-tressé* sont diverses, ce qui s'explique par la multiplicité des variants se formant au refroidissement depuis la phase bêta [36]. La texture est alors peu prononcée [71][74][174][36]. Ces orientations multiples permettent un glissement et donc un allongement possible dans différentes directions [173]. Les glissements sont alors limités, de l'ordre de la largeur des lattes. A l'inverse, les colonies  $\alpha$  présentent des lattes parallèles toutes orientées dans la même direction cristallographique. Leurs systèmes de glissement étant identiques, des glissements longs peuvent se produire. Ces colonies sont souvent orientées dans des directions proches de la normale aux ex-joints de grains verticaux  $\beta$  [36][89]. Cette texture locale est également l'une des causes de l'anisotropie de comportement observée entre les directions horizontale et verticale.

Le phénomène de *banding* présenté au §1.2.4.2 affecte peu la dureté le long d'un mur produit en WAAM [86], bien qu'une périodicité due à ce *banding* soit observée [36]. La plus forte largeur des lamelles dans la zone de *banding* peut y expliquer la baisse de la résistance, bien qu'elle soit compensée par un pourcentage supérieur de phase  $\beta$ .

Les traitements thermiques n'indiquent pas de tendance claire [74][89]. Une diminution significative de l'allongement à rupture dans la direction verticale après traitement à 600°C est toutefois observée.

Concernant le défaut d'oxydation, un taux d'oxygène interstitiel plus important a pour conséquence d'augmenter la résistance mécanique, sans affecter la ductilité [174].

**En fatigue**, peu de travaux détaillant la phase d'initiation ont été répertoriés. Il est confirmé que les glissements peuvent se transférer au sein d'une colonie [176] ou bien au sein d'une structure en *panier-tressé* [74], mais aucune étude identifiée n'a évoqué le rôle des ex-joints de grains colonnaires  $\beta$ . La caractérisation en fatigue à grand nombre de cycles (*HCF*) révèle une grande dispersion des durées de vie [36][74].

La phase de propagation est la plus étudiée, elle est prépondérante en présence de défauts [177]. La *Figure 32-b* présente une micrographie d'une fissure s'initiant sur une porosité, puis traversant différentes lamelles, parallèles ou sous forme de *panier-tressé*, sans suivre les joints inter-lattes [71]. La cinétique de propagation est identique, que la sollicitation soit horizontale ou verticale. La fissure principale initiée se propage indépendamment des joints colonnaires primaires verticaux  $\beta$  [178][179]. Ce résultat est en contradiction avec de précédentes observations sur matériaux non issus de la FA, où le parcours de fissures semblait facilité dans les colonies longeant les ex-joints primaires  $\beta$ , notamment par propagation dans les plans basaux [180][181].

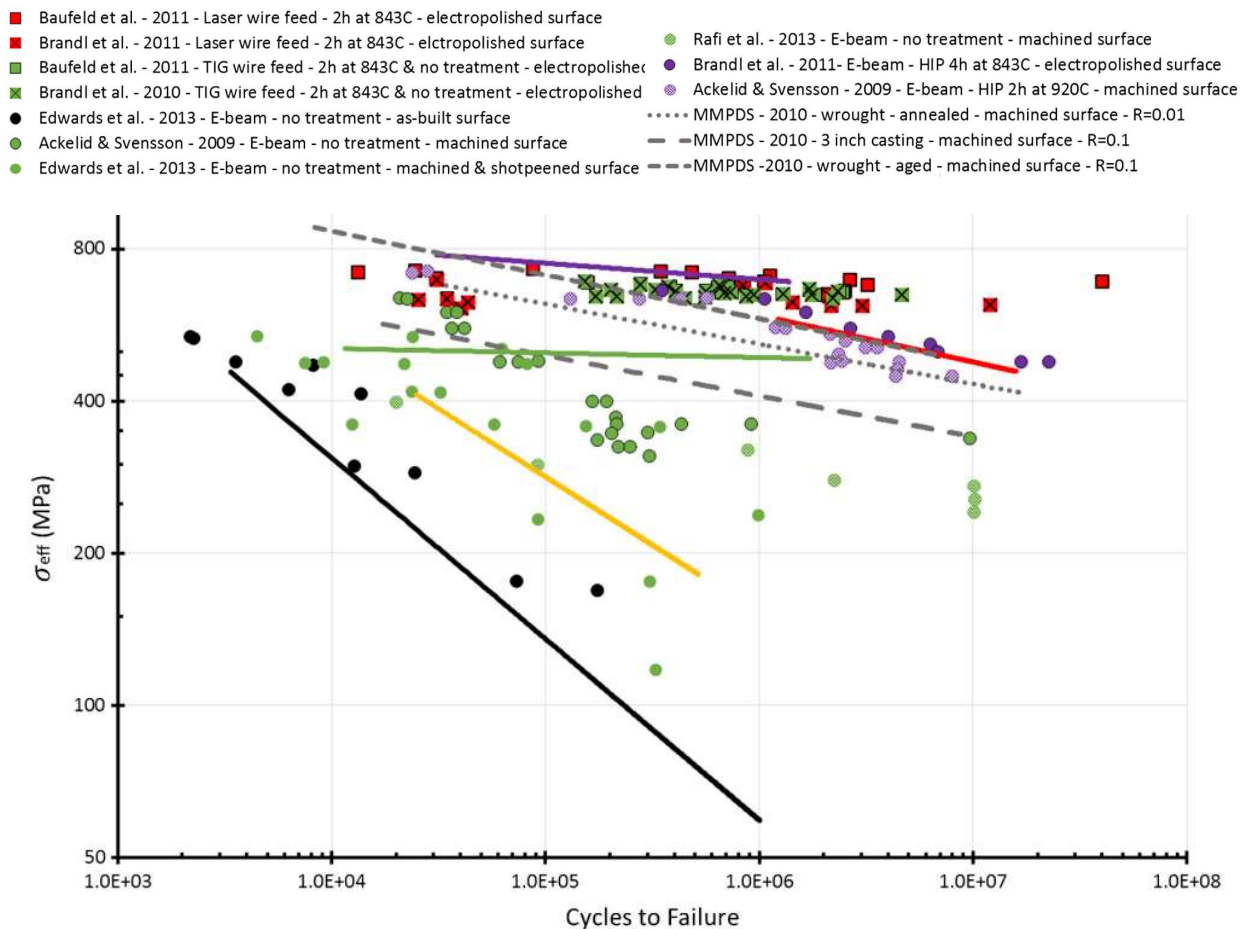


Figure 33 : graphique rassemblant les résultats d'essais de fatigue réalisés sur des éprouvettes en TA6V fabriquées par différents procédés FA [177]



La *Figure 33* regroupe différents résultats obtenus en fatigue sur des éprouvettes en TA6V, issues de procédés classiques ou de FA, et usinées de différentes manières [177][182]. Il n’y a pas, d’après ces résultats, de plateau marquant la limite d’endurance, et une grande dispersion est observée dans toutes les études, témoignant d’une phase de propagation majoritaire, probablement initiée par des défauts initialement présents. Dans le cas du WAAM, il est confirmé que la présence de porosités diminue grandement les performances en fatigue, et est une cause de la dispersion [36].

## 4 Approche énergétique

*La partie précédente a traité les phénomènes d’endommagement sous l’aspect mécanique. Les paragraphes suivants décrivent les conséquences énergétiques de ces phénomènes ayant lieu au cœur du matériau sollicité. La création, le déplacement et l’accumulation des dislocations, ou encore l’apparition et la propagation de fissures stockent et dissipent l’énergie mécanique fournie. La détection et la mesure par différentes techniques de ces énergies, puis le traitement, permettent de suivre l’évolution de l’état du matériau. Le détail de la méthodologie de calculs des sources et des énergies d’intérêt pour notre étude sera présenté au paragraphe 1 du chapitre IV.*

Une partie de l’énergie mécanique fournie au matériau peut être dissipée, le restant pouvant être emmagasiné élastiquement (et restitué à la décharge) ou bien stocké. Une part de l’énergie mise en jeu dans la déformation est transformée en chaleur. Cette chaleur peut provenir de deux contributions distinctes [183] : la dissipation intrinsèque et les couplages thermomécaniques tous deux détaillés ci-après. La dissipation intrinsèque regroupe tous les effets dissipatifs liés au développement de mécanismes irréversibles alors que les couplages thermomécaniques traduisent les interactions (réversibles) entre la température et les autres variables d’état. Les couplages les plus fréquemment rencontrés correspondent à la thermo-élasticité (un matériau se refroidit quand il est déformé élastiquement en traction et se réchauffe lorsque la contrainte est relâchée) ou encore au changement de phase solide-solide rencontré par exemple dans les Alliages à Mémoire de Forme mettant en jeu la libération (ou l’absorption) d’une chaleur latente lors de changements de phases et des changements « inverses ».

L’énergie mécanique transmise à un matériau  $w_{def}$  peut se scinder en une partie élastique  $w_e$ , récupérable à la décharge, et une partie plastique  $w_{pl}$ , provenant, par exemple, du mouvement des dislocations. Cette dernière se scinde en une part dissipée  $w_{d1}$ , sous forme de chaleur, et une part stockée  $w_s$ , interne :

$$w_{def} = w_e + w_{pl} = w_e + w_{d1} + w_s \quad (3)$$

### 4.1 Evolution de la température

L’étude de l’évolution de la température au cours de sollicitations est souvent un préalable aux études calorimétriques.

Une étude souvent citée a consisté à étudier l’évolution de la température à la surface d’éprouvettes d’acier, cyclées sous différents niveaux de contraintes [184]. Les résultats principaux sont reportés en *Figure 34-a*. A basse amplitude de contraintes, la température augmente faiblement au démarrage, puis n’évolue plus jusqu’à la fin de l’essai volontairement arrêté. Lorsque l’amplitude de contraintes augmente, tout en restant inférieure à la limite élastique, trois phases sont observées dont une phase de stabilisation, au-dessus de la température ambiante. Bien que macroscopiquement il y ait réversibilité dans ce domaine, d’un point de vue thermodynamique, les dislocations interagissent en se déplaçant et induisent une dissipation d’énergie [185][186]. A haute amplitude, bien au-dessus de la limite élastique, la température croît de manière importante jusqu’à la rupture qui se produit rapidement. Un pic de température peut être observé avant diminution. Cette dernière est alors attribuée à un phénomène d’accommodation plastique, se produisant avant stabilisation de la température [187]. Il n’y aurait alors par la suite plus d’augmentation de la « déformation plastique macroscopique ».

Une autre méthode est couramment utilisée, celle de la technique des blocs, également nommée méthode de cyclage par paliers [184][185][188]. Elle consiste à tester une éprouvette en lui appliquant

des chargements cycliques par blocs d'amplitude constante. Chaque bloc est constitué d'un nombre de cycles fixés, et les blocs s'enchainent en augmentant à chaque fois l'amplitude de chargement, la contrainte maximale correspondant au premier niveau étant inférieure à la limite d'élasticité. Dans ce cas, il est usuel de tracer l'évolution de la température moyenne stabilisée à chaque bloc en fonction de l'amplitude de contraintes. Un exemple de courbe d'évolution de la température induite est reporté en *Figure 34-b*. Deux régimes de température sont usuellement identifiés, pour lesquels la température moyenne stabilisée augmente « linéairement » avec l'augmentation de l'amplitude de contrainte. L'intersection de leurs tangentes respectives permet d'obtenir une estimation de la limite de fatigue du matériau.

Cette méthode s'est avérée performante dans un certain nombre de cas, les limites de fatigue déterminées par la méthode conventionnelle à partir du tracé des courbes de *Wöhler* et celles déterminées par cette méthode des tangentes étant proches [189]. En particulier, les essais sur aciers inoxydables, dont le 316L, valident cette méthode empirique, qui apparait robuste et répétable [190][191][192]. Il semble qu'aucune étude portant sur ce type de méthode n'ait en revanche été répertoriée sur alliages de titane.

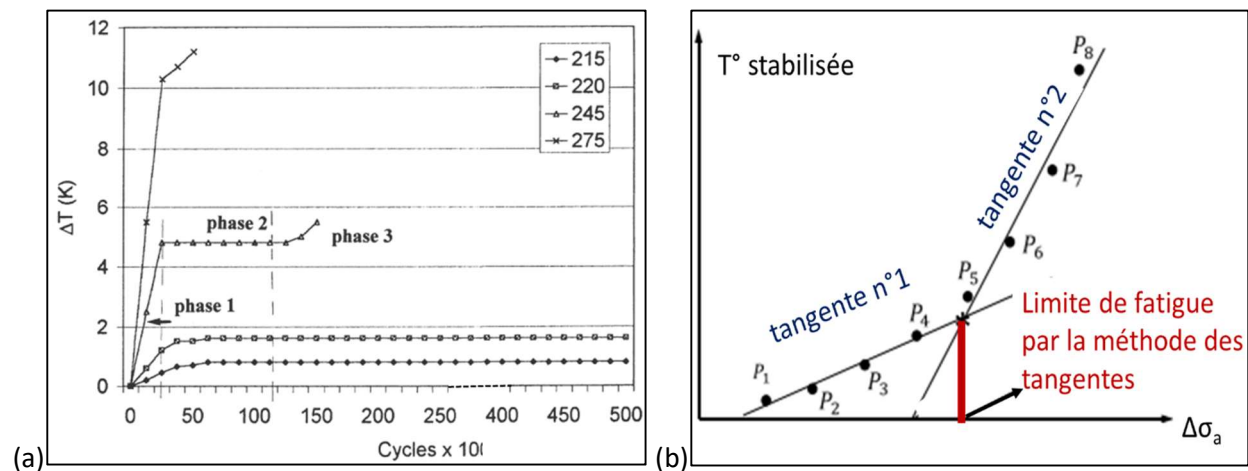


Figure 34 : (a) augmentation de température en cyclage, selon le nombre de cycles effectués pour différents niveaux de contraintes [184] / (b) évolution de la température moyenne stabilisée au cours d'un essai de cyclage par paliers en fonction de l'amplitude de contrainte, révélant les deux régimes permettant d'estimer la limite de fatigue [189]

## 4.2 Energie dissipée

L'énergie de dissipation intrinsèque,  $w_{d1}$ , rend compte de l'ensemble des irréversibilités se développant dans le matériau (plasticité, endommagement ...), dont les différents phénomènes ont été présentés au §1.3.2.1. La dissipation intrinsèque, homogène à une puissance volumique, est quant à elle notée  $d_1$ .

La température est la grandeur mesurable qui va permettre d'accéder aux sources de chaleur puis à l'énergie dissipée. Il est nécessaire de la traiter au travers d'un bilan thermodynamique permettant d'identifier les échanges thermiques avec les éléments extérieurs à la zone d'étude du matériau, et de calculer la dissipation intrinsèque. Le cadre thermodynamique est développé dans la partie expérimentale au chapitre IV.

La part dissipative de l'énergie plastique a été estimée entre 30 et 90% selon les expériences et les matériaux, que ce soit en traction monotone ou en fatigue [99][193][194]. La dissipation est toujours positive, et tend donc à produire une augmentation de température en régime établi.

La *Figure 35-a* est issue d'essais de cyclage par blocs à amplitudes constantes [183]. A basses contraintes, l'oscillation des dislocations autour de positions d'équilibre, accrochées par exemple sur des atomes en solution, est un mécanisme dissipatif anélastique [195]. La dissipation est faible par rapport à la source thermoélastique. A plus haute contrainte, autour de la limite d'endurance, les glissements viscoplastiques des dislocations sont responsables de mécanismes dissipatifs inélastiques [196]. Ce sont des frottements de dislocations lors de leurs déplacements [186] et des phénomènes irréversibles de micro-plasticité telles la formation des *BGP* [197][198]. La dissipation, alors plus importante, est cependant quasi-constante sur

chacun des paliers, à un niveau dépendant de la charge propre à chaque palier [99]. Le tout constitue ainsi les phénomènes plastiques. A plus hautes contraintes, le phénomène de Rochet prend place, puis des phénomènes associés à de grandes déformations plastiques se produisent [109]. La dissipation est élevée : elle augmente de manière importante.

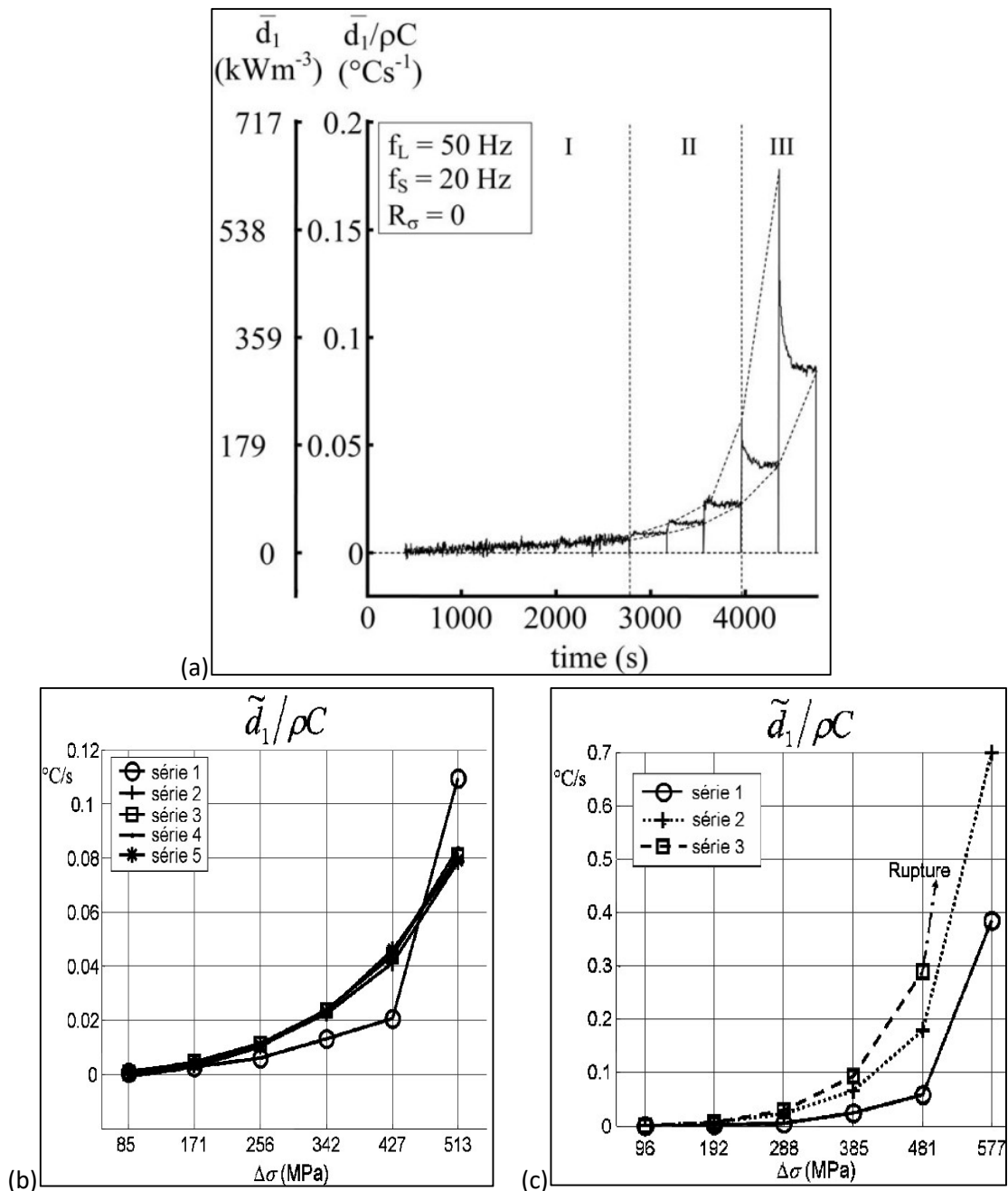


Figure 35 : (a) évolution de la dissipation intrinsèque au cours d'essais de chargements cycliques par blocs : une série de blocs sur acier [183] / (b) succession de séries de blocs à amplitude de contraintes maximale inférieure à  $\sigma_D$  et (c) avec amplitude supérieure à  $\sigma_D$  [99]

Un « effet mémoire » est observé au travers de la dissipation [99][198][199], il est mis en avant par les Figure 35-b-c. L'« endommagement » intrinsèque subi par le matériau n'est pas le même suivant le niveau de sollicitations maximal appliqué. La dissipation produite par la suite dépend de cet état précédemment atteint.

Le niveau de dissipation change lorsque les conditions de charges évoluent. Cependant, les distributions spatiales de la dissipation intrinsèque sont presque identiques [99][185]. Cela démontre que les zones activées irréversiblement ne dépendent pas de la contrainte.

De plus, l'augmentation de la dissipation rend compte, même à un niveau bien inférieur à la limite élastique, d'un endommagement micro-plastique. En effet, bien qu'en surface aucune BGP ou fissure

mésoscopique ne soit observable, une dissipation est observée. Il convient ici de remarquer que les sources de chaleur (dont la dissipation intrinsèque) sont en général déterminées à partir de mesures de surface et qu'elles correspondent à des mesures moyennes dans le « volume » de l'échantillon (selon son épaisseur).

Ainsi, par intérêt de suivi de la dissipation, certaines équipes ont tenté de relier en essai de cyclage l'énergie de dissipation au nombre de cycles à rupture  $N_r$  [200][201]. L'énergie dissipée cumulée peut être utilisée comme un paramètre lié à l'initiation de fissures, qu'elle en soit la cause ou la conséquence [202].

### 4.3 Energie thermo-élastique

L'énergie thermoélastique correspond également à une chaleur mise en jeu. Elle est notée  $w_{the}$ , et sa puissance volumique est la source thermoélastique, notée  $s_{the}$ . Elle rend compte d'un mécanisme de couplage thermomécanique : la déformation élastique induit un dégagement de chaleur en compression et une absorption en traction. Elle provient de la dilatation élastique réversible du réseau cristallographique qui modifie la mobilité des atomes du réseau et donc la température. La réversibilité du phénomène sur matériau non endommagé est observable en essai de traction ou de cyclage, selon l'alternance de l'effort. La *Figure 36* met en avant sa contribution cyclique à la température, à la même fréquence que celle de la sollicitation.

Cette figure montre également que la variation stabilisée de la température, moyennée sur des temps supérieurs à la période de sollicitation, est attribuée à la dissipation.

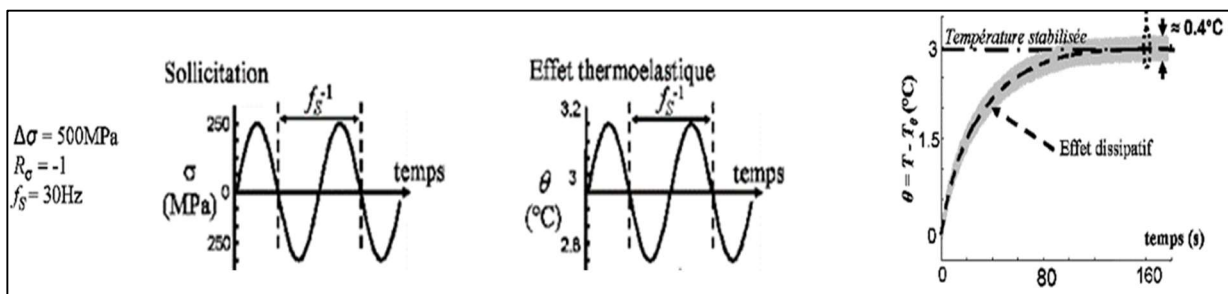


Figure 36 : schéma montrant la contribution à l'évolution de la température par les effets thermoélastiques et dissipatifs [203]

En conditions adiabatiques, l'amplitude  $\Delta\theta_{the}$  de la température induite par l'effet thermoélastique évolue linéairement avec l'amplitude de contraintes appliquée [183], mais ce n'est plus le cas si on dépasse la limite d'élasticité [192]. Une perte de linéarité de la source thermoélastique par rapport à l'amplitude de la contrainte « macroscopique » appliquée serait liée à une plasticité locale [197][203]. Elle est observée à l'approche de la limite de fatigue conventionnelle [192][204]. Cette observation est utile pour identifier cette limite sur matériau dissipant peu et diffusant de manière importante, tel l'aluminium [205]. Elle permet également d'identifier des défauts ou sites pouvant mener à la rupture finale, telle une fissure [203][205] ou un bourrelet de joint soudé [206].

### 4.4 Energie de déformation

L'étude de l'évolution du matériau et de sa dégradation peut également se faire par le prisme des énergies de déformation.

En essai statique, suivre l'énergie de déformation permet d'obtenir des informations sur l'érouissage. En cyclage, les phénomènes d'adaptation ou d'accommodation peuvent entre autres être suivis.

Certains chercheurs réussissent à corréliser le nombre de cycles à rupture à l'énergie de déformation moyenne par cycle [193]. Egalement, la présence ou l'apparition de défauts tels que l'initiation d'une fissure sont repérables par une déformation locale supérieure à celle du voisinage [207].

## 4.5 Energie stockée

La part non élastique de l'énergie de déformation se divise en une part dissipée et une part stockée. Une partie des dislocations est « bloquée » dans le matériau lors de la déformation. Elles s'accumulent sur des zones d'arrêt tels les joints de grains, ou forment des structures au centre des grains. Cette accumulation constitue un précurseur de phénomènes d'endommagement telles des *BGP* ou des microfissures. En ce sens, l'estimation de cette énergie, notée  $w_s$ , donne accès à la part non dissipée de certains mécanismes de déformation.

En cyclage, des études établissent qu'une quantité seuil d'énergie stockée est nécessaire pour mener à la rupture [208][209]. Il est jugé plus pertinent d'observer les énergies stockées moyennes par cycle par d'autres auteurs, qui n'observent pas de rupture plus précoce sur éprouvettes d'acier pré-écrouies en comparaison avec des éprouvettes sans pré-déformation [193].

Les travaux de *Taylor et Quinney* ont défini le rapport  $\beta$  comme étant le rapport entre la fraction d'énergie stockée et celle de l'énergie plastique totale [210][211]. L'état du matériau conditionne sa capacité à répartir l'énergie. En essais de traction sur acier, une rapide augmentation de  $\beta$  est observée, qui après avoir atteint un maximum décroît lentement [185] ou plus rapidement [212], ce dernier cas étant reporté en *Figure 37-a*. Le pic correspondrait au moment où se forment des bandes de glissements qui constituent des phénomènes dissipatifs [110]. En cyclage avec un rapport  $R = -1$ , des ratios quasi-constants sont calculés à basses contraintes, alors qu'ils décroissent au fil des cycles à plus hautes contraintes [195], ce qui est reporté en *Figure 37-b*.

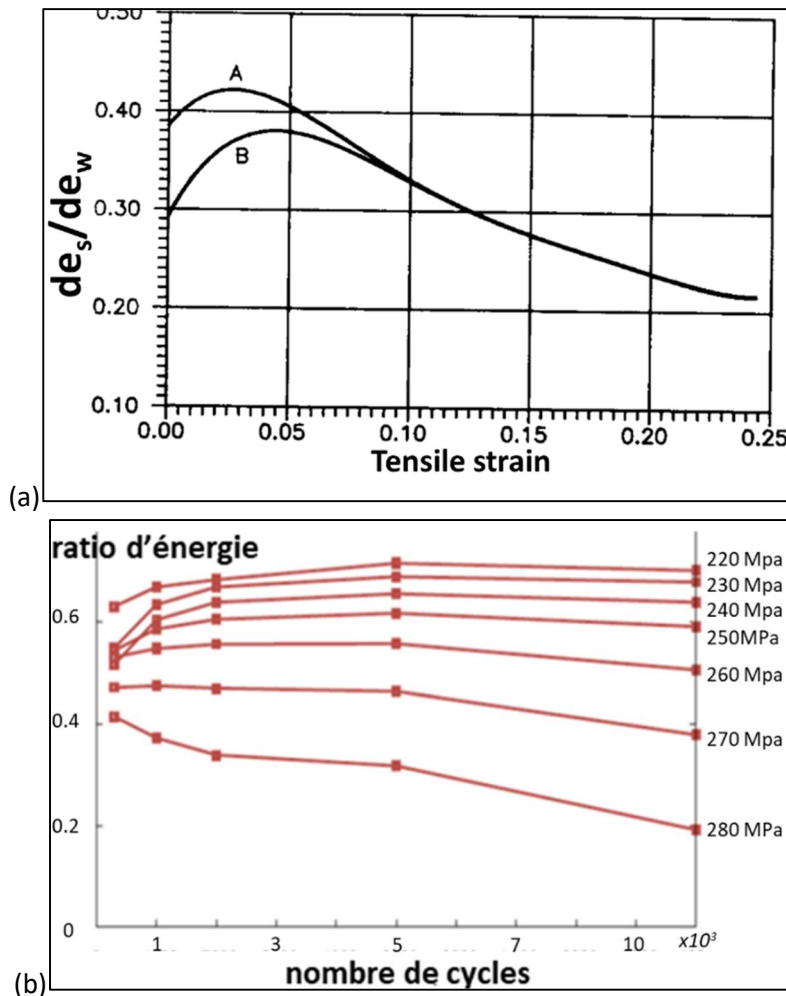


Figure 37 : évolution du ratio  $\beta$  : (a) au cours d'un essai de traction pour différentes taille de grains sur aciers austénitiques - A = 8  $\mu\text{m}$  et B = 80  $\mu\text{m}$  [212] / (b) au cours de cyclages avec différentes amplitudes de contraintes [195]

## 4.6 Rôle des paramètres microstructuraux

Les microstructures des matériaux métalliques sont définies, entre autres, par le type de phases, la taille et l'orientation des grains, ainsi que leurs morphologies. Elles sont responsables de leurs comportements, et de leurs réponses énergétiques.

Les évolutions des structures de dislocations et de l'énergie stockée ont été étudiées au cours d'essais de traction, sur deux aciers inoxydables recuits dont les tailles de grains diffèrent [212]. A basse déformation, plus les grains sont petits et plus il y a d'énergie stockée par création de dislocations *GND*. Le rapport  $\beta$  est ainsi plus grand avec des grains petits, ce qui est observé sur la *Figure 37-a*. Ce ratio baisse au fil de la déformation, devenant équivalent quel que soit la taille de grains [213], la part d'énergie stockée diminuant au profit de la dissipation mécanique. En effet, des amas de dislocations [212], puis des glissements déviés produisent des structures mieux organisées, telles des cellules, où l'énergie libre est moins importante, et menant parfois à l'annihilation des dislocations [214].

Dans ses travaux numériques portant sur des essais de cyclage par paliers, *C.Mareau* modélise l'effet de l'augmentation de la taille de grains par une augmentation de la dissipation en régime inélastique [196]. La présence de quelques grains grossiers est décelable par la modélisation de la dissipation, et rend compte des dispersions pouvant exister dans les résultats d'essais de fatigue, du fait de la forte propension au glissement de certains grains. Concernant la texture, les grains présentant de hauts voire de moyens facteurs de Schmid, et/ou avec des systèmes de glissements multiples, dissipent plus. Prenant en compte ces deux paramètres, l'auteur obtient une dissipation de l'ordre de trente fois supérieure entre un matériau modélisé avec de gros grains défavorablement orientés, ou des grains équiaxes de petites tailles. Il montre également l'impact de la présence de précipités. En régime anélastique, à plus basses contraintes, ils réduisent les longueurs libres des dislocations et diminuent leurs possibilités d'oscillation. En régime inélastique, ils réduisent de même leurs mouvements, ce qui empêche leurs interactions mutuelles.

## 5 Synthèse bibliographique et objectifs de la thèse

La première partie de la bibliographie a introduit le procédé de fabrication *WAAM*. Elle a détaillé la technique du soudage à l'arc, et en particulier la technologie *CMT*. Elle a permis d'appréhender les bonnes pratiques de fabrication et d'orienter le choix des paramètres afin de produire une géométrie maîtrisable.

La seconde partie a été dédiée à la métallurgie, en particulier aux structures de solidification et à leurs évolutions en phase solide. Les conséquences essentielles qu'entraînent les forts gradients thermiques et la rapide vitesse de solidification sont également dépendantes des paramètres de soudage. Ils permettent en théorie d'obtenir des microstructures allant de grains grossiers colonnaires à des grains équiaxes, généralement souhaités. Il a également été traité des conséquences sur les structures générées des maintiens en température successifs inhérents à la *FA*, ainsi que des traitements thermiques post-fabrication.

Ces deux premières parties ont permis de révéler que les paramètres procédé de premier ordre sont la vitesse d'avance de la torche de soudage, la vitesse de fil, qui est directement liée à la puissance moyenne délivrée avec le procédé *CMT*, et la durée des pauses inter-passes. Ces paramètres impactent en particulier les profils thermiques et la mouillabilité des cordons. Leurs variations semblent permettre d'obtenir à la fois une large gamme de géométries de cordons et de structures métallurgiques. Ces dernières évoluent également par le biais de traitements thermiques adaptés. Ces parties ont aussi mis en évidence le peu d'études consacrées jusqu'à présent au procédé *WAAM-MIG/MAG*, et donc également à la variante *CMT*.

La troisième partie a abordé les propriétés mécaniques des matériaux d'étude, et l'influence que peuvent avoir les caractéristiques microstructurales et cristallographiques sur ces propriétés. Le procédé *WAAM* mène à des microstructures présentant de fortes textures et des morphologies de grains orientées, qui sont très différentes de celles rencontrées dans les produits laminés. Concernant le comportement en fatigue, très peu d'études ont porté sur le stade d'initiation des microfissures dans les structures soudées

ou issues de la *FA*. Les études effectuées en traction, plus fournies, sont cependant une base de connaissances. D'autre part, si l'anisotropie de comportement des éprouvettes obtenues par les procédés de *FA* a bien été mise en évidence sur acier inoxydable, peu d'études ont pris en compte les conditions de fabrication (dont l'environnement oxydant à chaud) ou encore la variabilité des microstructures pour analyser les propriétés mécaniques observées.

La dernière partie a présenté les conséquences énergétiques d'une sollicitation mécanique sur les alliages métalliques. L'approche thermomécanique permet d'appréhender le comportement de la matière d'une manière différente de l'approche classique, basée par exemple sur le tracé de courbes de *Wöhler* pour la fatigue. L'endommagement peut notamment être étudié par le biais de la dissipation, permettant de suivre l'évolution d'un matériau ou de comparer deux matériaux de différentes microstructures.

**Le premier objectif de la thèse**, qui fera l'objet du second chapitre, est la fabrication par le procédé *WAAM-CMT* d'éprouvettes en *316L* et *TA6V* de géométries satisfaisantes, pour permettre leur caractérisation mécanique après usinage. Plusieurs jeux de paramètres procédé seront recherchés, afin de tenter d'obtenir des matériaux à microstructures différentes. Plusieurs post-traitements thermiques seront aussi testés, afin de faire évoluer les structures métallurgiques obtenues sur les éprouvettes brutes de fabrication.

**Le second objectif**, objet du troisième chapitre de cette thèse, sera l'étude du lien entre paramètres procédés et microstructures obtenues. Pour ce faire, la fabrication des éprouvettes sera instrumentée de manière à mesurer certaines grandeurs physiques qui permettront la compréhension de la formation des structures obtenues, dont leur hétérogénéité. Ces mesures seront complétées par des analyses métallurgiques.

**Enfin, le troisième et dernier objectif**, qui sera discuté dans le quatrième chapitre de la thèse, est la caractérisation mécanique des matériaux fabriqués. Elle sera réalisée à partir d'essais de traction et de fatigue, et prendra en compte l'anisotropie de comportement attendue, en prélevant des éprouvettes dans les directions horizontales et verticales des « murs » fabriqués. L'influence de la microstructure sur les comportements mécaniques, issue des différentes conditions de fabrication et post-traitements, et variant au sein des cordons, sera analysée. Cette partie aura pour finalité la compréhension des phénomènes en phase d'initiation de microfissures en fatigue, menée à partir d'une analyse thermomécanique des essais de fatigue.

Le schéma suivant résume le programme de recherche qui permettra d'atteindre ces objectifs :

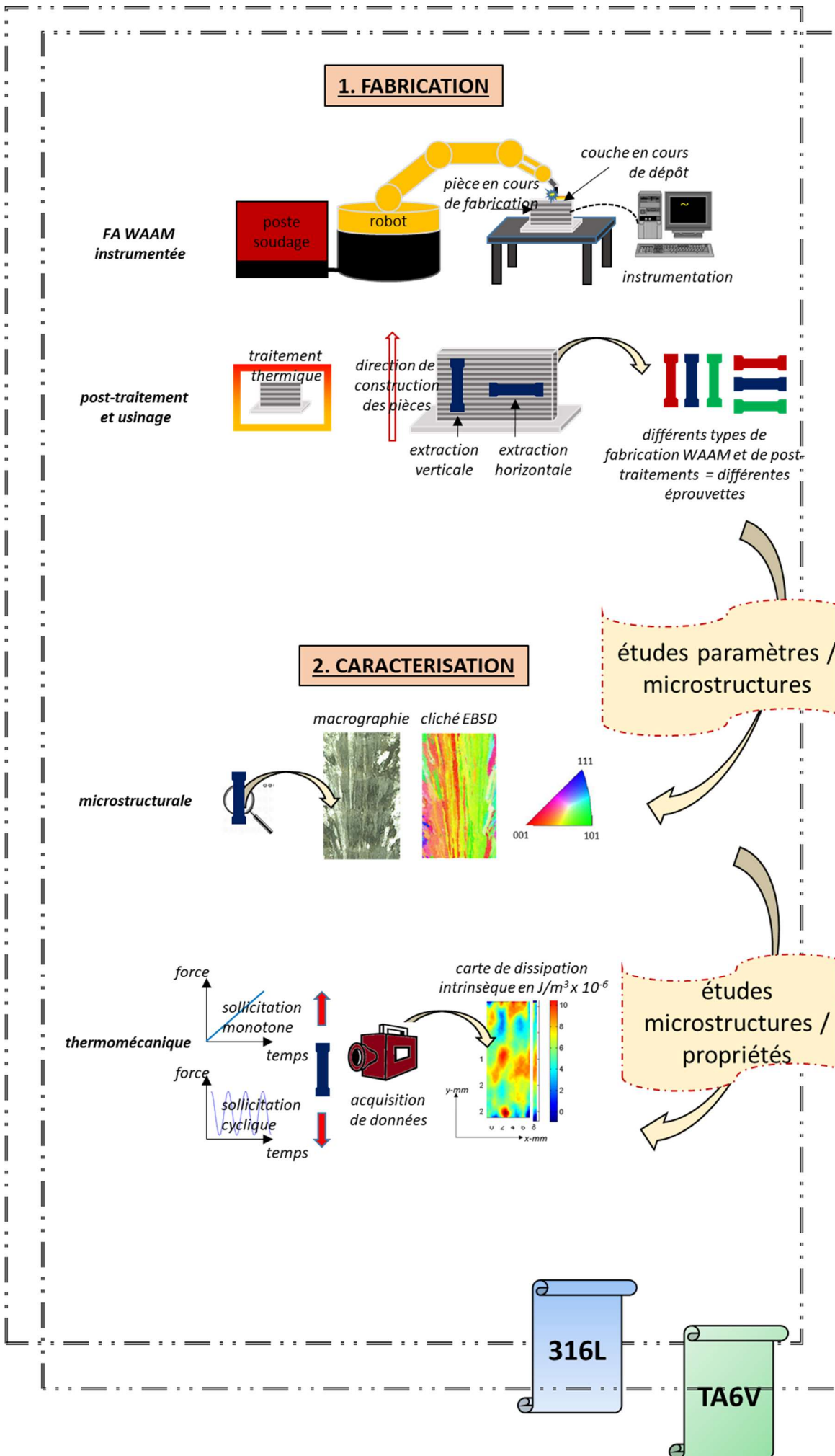


Figure 38 : schématisation du programme de recherche





## **CHAPITRE II. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX ET FABRICATION DES EPROUVETTES**

*Le second chapitre présente les dispositifs expérimentaux utilisés, ainsi que les conditions de fabrication retenues pour la production des échantillons par le procédé WAAM.*

*Deux objectifs techniques sont ici visés. Le premier est d'identifier des paramètres permettant de produire des bruts qui soient usinables afin d'en tirer des éprouvettes plates de caractérisation mécanique pour la suite de la thèse. Le second est d'obtenir différents bruts avec des métallurgies différenciées d'une fabrication à une autre.*

*La première partie présente la plateforme de fabrication et la géométrie des pièces fabriquées, ainsi que l'instrumentation de cette plateforme permettant l'accès à des données physiques. L'analyse de ces données permettra d'aider à la compréhension de la formation des microstructures, traitée dans le prochain chapitre. Cette partie décrit également les différents moyens d'essais qui seront utilisés pour caractériser les pièces brutes puis les éprouvettes usinées.*

*La seconde partie décrit les caractéristiques des deux matériaux d'apport retenus pour cette étude, l'acier inoxydable austénitique 316L et l'alliage de titane TA6V, ainsi que les gaz de protection utilisés.*

*La troisième partie justifie les choix des différentes conditions de fabrication. La stratégie de fabrication englobe la manière dont est déposée la matière en fusion, c'est-à-dire la trajectoire de la torche, ainsi que les durées de pauses inter-passes. Les paramètres du procédé sont les réglages propres au poste de soudage ainsi que la vitesse d'avance de la torche.*

*Les conséquences de ces choix sur les apports énergétiques, les cycles thermiques et la forme des bains de fusion sont analysées en quatrième partie à partir des données issues de l'instrumentation du procédé.*

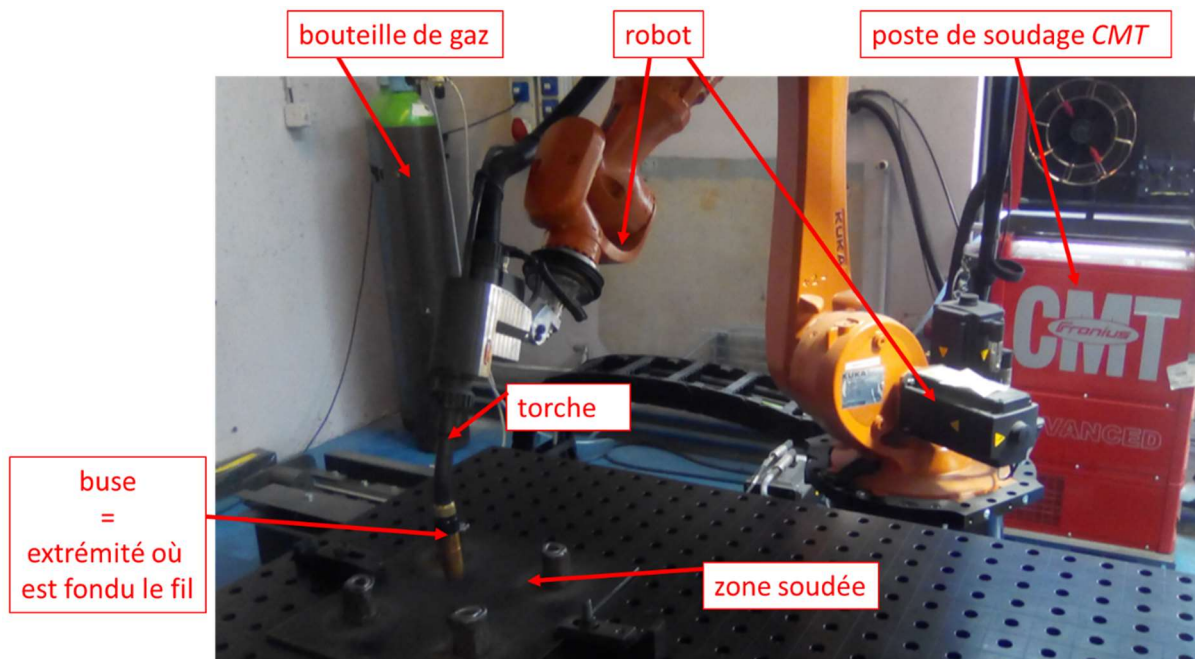
*Enfin, la caractérisation morphologique des différents échantillons fabriqués est présentée, et les différences observées sont commentées.*

# 1 Dispositifs expérimentaux

*Cette première partie présente les outils de fabrication, le choix de la géométrie des bruts fabriqués, le système d'inertage permettant la protection contre l'oxydation en cours de fabrication, et l'instrumentation du procédé ayant pour but de mesurer la température en certains points du montage ainsi que la forme du bain de fusion in-situ. Les dispositifs de caractérisation utilisés au cours de cette thèse sont également présentés.*

## 1.1 Plateforme de fabrication additive

Le moyen principal utilisé est un robot 6-axes *Kuka-Krc6* équipé à l'extrémité de son bras d'une torche de soudage *MIG-MAG* (Figure 39). Le poste utilisé est un poste *CMT* de *Fronius*. La commande robot communique *via* un langage de programmation *Python* écrit depuis un ordinateur d'interface, afin de décrire à la fois la trajectoire de l'extrémité de la torche de soudage et certains paramètres de gestion du poste : amorçage de l'arc et dévidage du fil d'apport, choix de la synergie qui permet l'ajustement automatique des nombreux paramètres contrôlant l'énergie et le cycle de dépôt du procédé *CMT*, extinction de l'arc. Les autres paramètres sont réglés directement *via* l'interface du poste de soudage, comme par exemple la vitesse de fil, le débit de gaz ou encore les paramètres secondaires propres à la synergie choisie.



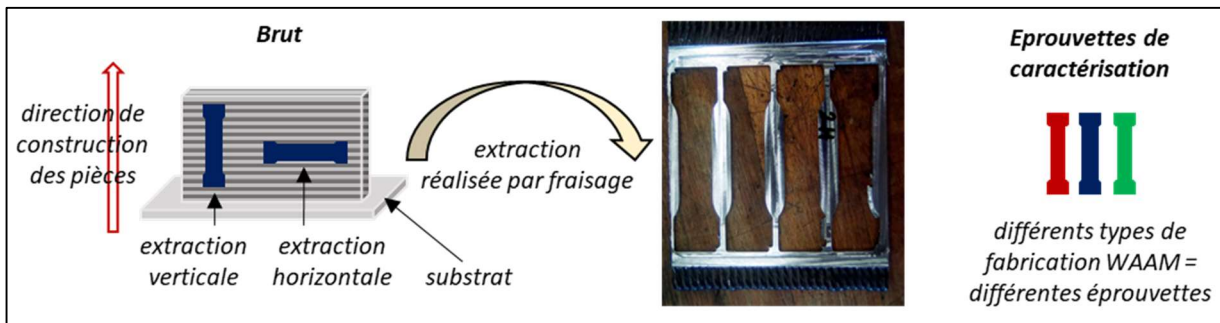
Afin de tenter de produire un apport d'énergie constant au cours de la fabrication des bruts, obtenus par la superposition de cordons déposés sur une tôle substrat, la distance buse-surface de dépôt est contrôlée et réajustée à l'identique avant chaque nouvelle couche déposée. A cet effet, une photo du profil du dépôt est prise après chaque nouvelle couche déposée, en utilisant la technique d'ombroscopie : une lumière halogène et une caméra sont positionnées de part et d'autre de la pièce, ce qui permet de révéler la forme. Un filtre passe-bande de 650 nm permet de filtrer le rayonnement du mur chaud. Un traitement des images par seuillage développé à l'aide d'un programme *Python* permet ensuite d'identifier le contour supérieur du dépôt. Le déplacement vertical à appliquer à l'extrémité de la buse avant le dépôt de la couche suivante est alors déterminé en mesurant la différence de hauteur du contour entre la dernière couche déposée et la précédente.

## 1.2 Géométrie des bruts et montage

L'un des objectifs de la thèse étant de caractériser le comportement en traction et en fatigue des matériaux obtenus à partir d'éprouvettes plates, le choix de la géométrie des bruts s'est orienté

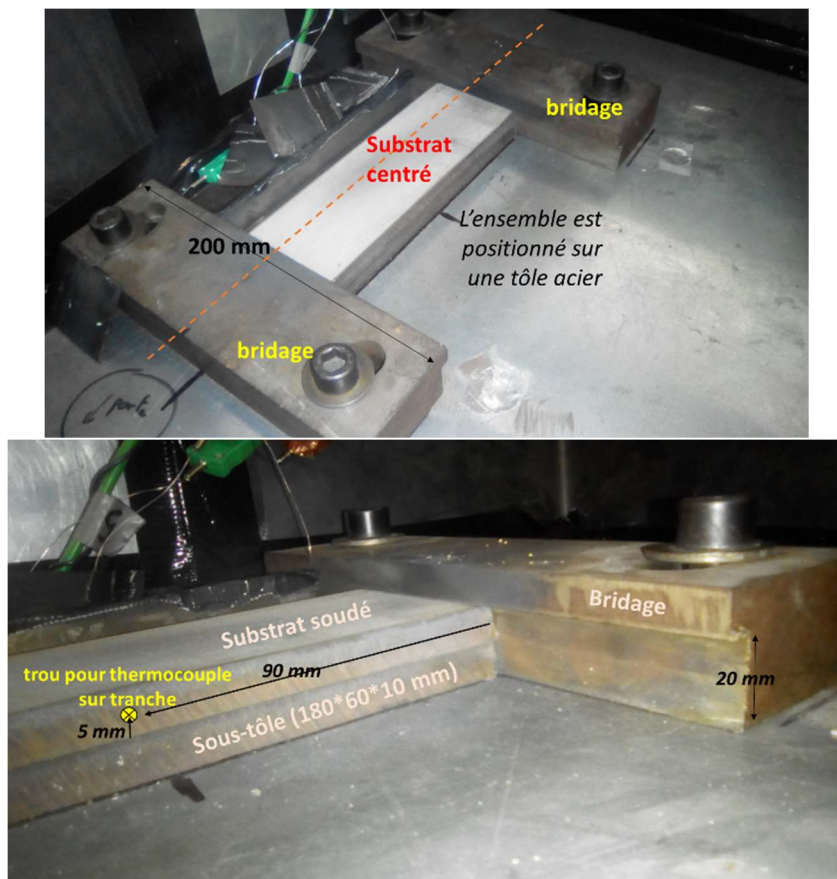
naturellement vers la fabrication de « murs » plans. La *Figure 40* présente la géométrie des bruts et l'extraction des éprouvettes de caractérisation mécanique.

Cette géométrie permet également de faciliter la réflexion sur la stratégie de dépôt (seuls le sens de dépôt et la durée entre couches peuvent varier), et d'obtenir des pièces présentant des microstructures qui devraient varier de façon périodique du fait de la superposition de couches déposées dans des conditions identiques, ce qui facilitera l'interprétation des résultats de caractérisation. La dimension des murs à fabriquer en vue de la caractérisation mécanique des matériaux obtenus est choisie égale à 150 mm de longueur et 150 mm de hauteur. Des murs de plus faible hauteur sont cependant aussi fabriqués, en vue de leur caractérisation morphologique et microstructurale. La largeur des murs dépend quant à elle du choix des paramètres du procédé, et est mesurée après fabrication.



*Figure 40 : géométrie des bruts de fabrication, localisation et orientation des éprouvettes plates destinées à la caractérisation en traction et en fatigue*

Les couches successives qui conduisent à la fabrication des murs sont déposées sur un substrat constitué d'une tôle de 10 mm d'épaisseur pour le matériau 316L et de 5 mm d'épaisseur pour le TA6V. La tôle-substrat est bridée sur la table-support à l'aide de deux brides symétriques prenant en étau le substrat aux extrémités. Afin de limiter l'échauffement de la table, une seconde tôle en acier inoxydable d'épaisseur 10 mm est placée sous le substrat en 316L (*Figure 41*). Pour le TA6V, une seconde tôle en titane de 5 mm d'épaisseur est ajoutée entre le substrat et la tôle en acier inoxydable de 10 mm d'épaisseur, pour atteindre l'épaisseur totale de 20 mm nécessaire au bon bridage.



*Figure 41 : vues du montage au niveau du substrat 316L et de son système de bridage*

### 1.3 Système d'inertage

Les matériaux d'étude sont sensibles à l'oxydation à chaud. Des essais préliminaires de dépôt de mono-cordons sans protection autre que celle fournie par le gaz de la torche de soudage ont révélé une oxydation de la surface des cordons en 316L, et même l'impossibilité de déposer des cordons réguliers en TA6V, avec un arc très erratique (Figure 42-a-b). Afin de fabriquer les bruts dans un environnement protégé, un système d'inertage a été développé. Celui-ci est constitué d'un trainard, boîtier fixé à l'arrière de la torche de soudage, qui permet de continuer à protéger les cordons déposés encore chauds juste après le passage de la torche, par diffusion d'un gaz inerte.

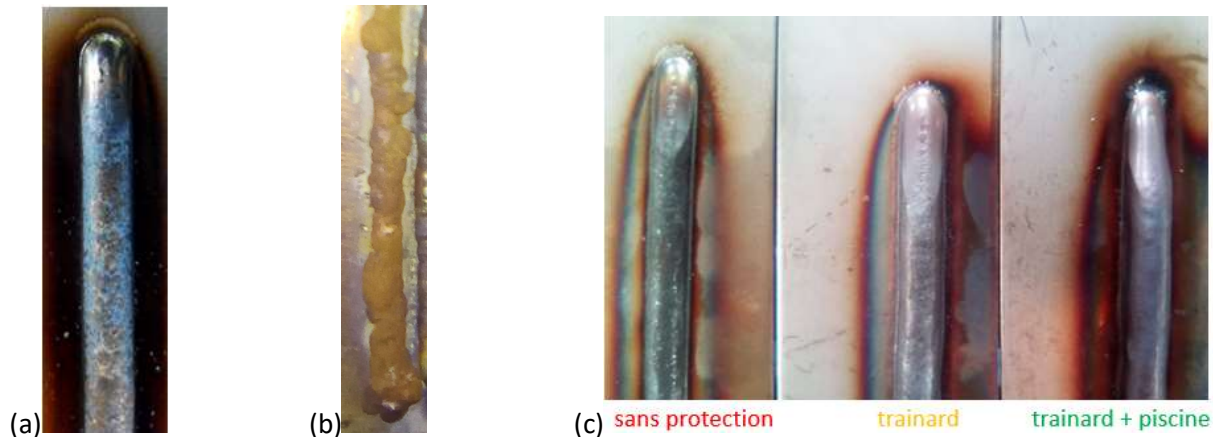


Figure 42 : (a) mono-cordons déposés sans protection : en 316L / (b) en TA6V / (c) comparaison de mono-cordons en 316L réalisés avec différents niveaux de protection (c)

La conception du trainard a nécessité plusieurs essais. La solution finale retenue est constituée d'un tube rectangulaire en aluminium où un quadrillage de trous de 1 mm de diamètre est réalisé, rempli de copeaux d'aluminium et recouvert à l'extérieur par un grillage fin, visible Figure 43-b, au travers duquel diffuse le gaz de protection. Sa longueur est de 150 mm pour couvrir l'intégralité du mur, sa largeur de 60 mm, et des jupes de contenance de 20 mm de hauteur ont été ajoutées sur les côtés pour guider le gaz. Puisque la torche se déplace dans les deux sens au cours de la fabrication des murs, deux trainards ont été fixés symétriquement de part et d'autre de la torche, afin d'assurer une protection gazeuse quel que soit le sens de déplacement.

La Figure 42-c montre différents mono-cordons obtenus selon le niveau de protection.

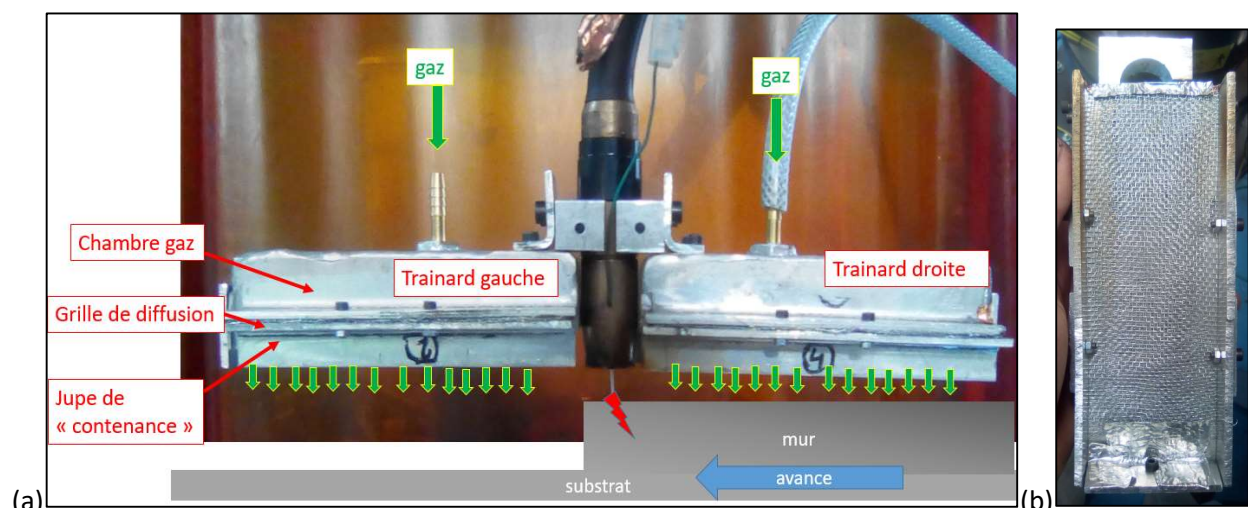


Figure 43 : (a) photo du montage avec deux trainards de chacun des côtés de la buse / (b) grille diffusante sous le trainard

La protection par trainard n'est cependant pas suffisante pour assurer un état de surface totalement exempt d'oxydes, et même la régularité des dépôts dans le cas du TA6V. Des problèmes évoqués dans la bibliographie ont en effet été rencontrés (flux non laminaire, distance pièce-trainard non optimale ...). Il a donc été décidé de confiner la fabrication dans une enceinte de type « boîte à gant ». La difficulté a été la réalisation de l'étanchéité au niveau du bras du robot et de la torche de soudage. A cet effet, une toile

souple en polymère a été utilisée et positionnée à distance de la zone de chaleur. Les trainards ont été conservés pour bénéficier de l'application locale du gaz de protection, et ainsi prévenir d'une éventuelle mauvaise étanchéité avec la présence possible d'oxygène résiduel. L'alimentation en gaz des trainards est gérée par électrovannes.

## 1.4 Instrumentation du procédé

Afin de vérifier la stabilité du procédé, mais aussi de disposer d'informations relatives aux énergies apportées et aux variations de températures subies au cours de la fabrication, nécessaires à l'interprétation des observations microstructurales et des résultats d'essais mécaniques qui seront réalisés par la suite, différents types de mesures et d'observations ont été réalisés en cours de fabrication.

### Mesures électriques

L'apport de chaleur fourni par le procédé *WAAM* étant directement lié à l'intensité et à la tension de l'arc électrique, la connaissance de ces paramètres est importante.

Les signaux sont mesurés par le biais d'une plateforme *Labview* précédemment développée au *LMGC* [215].

La tension est mesurée entre la torche de soudage, au niveau du tube contact, et la table de soudage. Un pont diviseur de tension permet d'abaisser la tension entre 0 et 10V afin qu'elle soit dans les limites acceptables de la carte d'acquisition.

L'intensité est mesurée par le biais d'un capteur à boucle fermée *LEM Current Transducer LF 510-S* qui mesure le flux d'électrons par effet Hall et produit une tension de sortie proportionnelle au courant mesuré.

La fréquence des cycles de dépôt des gouttes de matière liquide par court-circuit avec le procédé *CMT* se situant entre 50 et 100 Hz, une fréquence d'acquisition des tensions et intensités de 20 kHz est retenue afin de décrire correctement les cycles électriques. Les calibrations permettent de remonter aux valeurs instantanées de tensions et intensités.

Les formes d'ondes de la tension et de l'intensité sont analysées par le biais de leurs évolutions au cours du temps, ce qui permet notamment de vérifier la stabilité des conditions de dépôt, à travers leurs régularités. Ces mesures permettent d'accéder à l'énergie linéique, bon indicateur de la quantité de chaleur reçue par la matière au cours du dépôt. Les énergies linéiques sont calculées selon l'équation (4), avec  $U_{arc}$  la tension d'arc,  $I_{arc}$  l'intensité, et  $V_s$  la vitesse d'avance. Les tensions et intensités retenues sont les valeurs moyennes calculées sur plusieurs cycles de transfert *CMT* à partir des données électriques enregistrées par la plateforme *Labview*, après stabilisation des cycles électriques intervenant quelques secondes après le démarrage d'une couche. Leur produit correspond alors à la puissance moyenne de cycle.

$$E_l = \frac{U_{arc} \cdot I_{arc}}{V_s} \quad (4)$$

### Mesures des vitesses

La connaissance des vitesses d'avance de la torche et de dévidage du fil permet entre autres de calculer les énergies linéiques mises en jeu. Les vitesses réelles peuvent être différentes des valeurs de consigne du robot pour le déplacement de la torche, ou de consigne du poste pour le dévidage du fil.

La vitesse d'avance est calculée en mesurant le déplacement de la torche par le biais de photos prises à des instants connus. Les mesures effectuées durant les essais de ce mémoire ont confirmé le respect de la consigne robot. La vitesse réelle de débit du fil est enregistrée par le poste de soudage à une fréquence de 10 Hz. Les données en sont extraites afin de moyenniser la vitesse.

### Mesures des températures

La variation des températures dans les pièces en construction est un bon indicateur de l'énergie transmise par le procédé et de son effet sur les transformations du matériau.

Des thermocouples sont utilisés pour réaliser des mesures ponctuelles de température. Des thermocouples gainés de type-K de 0,5 mm de diamètre ont été choisis. Leur température maximale de mesure est de 800°C. Cette valeur est suffisante car les thermocouples sont positionnés dans des zones situées à quelques millimètres du bain, dans lesquelles les températures maximales restent inférieures à cette valeur. Ils sont insérés dans des trous de profondeur 2 mm et de diamètre 1,5 mm. Leur maintien en position a été réalisé grâce à de la pâte thermique, qui permet également une bonne conduction de la chaleur. Leur temps de réponse est de l'ordre du dixième de seconde. L'acquisition des données se fait à la fréquence de 10 Hz.

La position des thermocouples sur la surface du substrat au cours de la fabrication des bruts en 316L est présentée en *Figure 44*. Un autre thermocouple est positionné sur la tranche du substrat, comme présenté sur la *Figure 41*. La position des thermocouples est un peu différente dans le cas du TA6V, et est présentée sur la *Figure 56-a-b*.

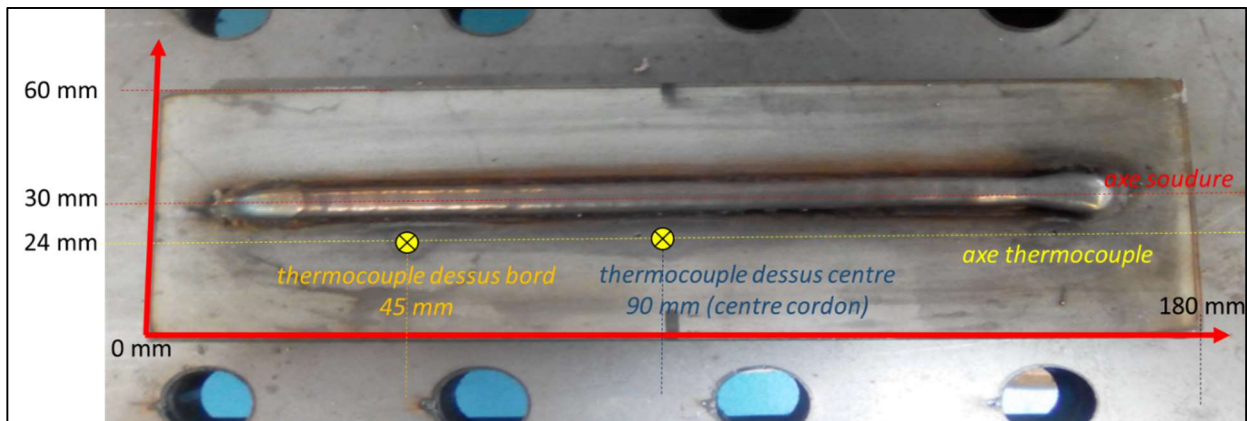


Figure 44 : position des thermocouples dans le cas du 316L, en surface du substrat sur lequel ont été déposées les deux premières couches

### Mesures des contours du bain

L'observation du bain de fusion, grâce à l'acquisition par caméra, permet d'accéder à l'évolution du contour du bain liquide, c'est-à-dire à la position de l'interface solide/liquide, qui donne une information supplémentaire sur les champs thermiques. Cette interface est en effet à une température proche de la température de liquidus du matériau, qui est d'environ 1400°C dans le cas du 316L, et de 1655°C dans le cas du TA6V.

La caméra utilisée est une caméra monochrome *Mako G-030* possédant une résolution de 0,3 méga pixels et équipée d'un capteur *CMOS* pouvant acquérir jusqu'à 309 images par seconde. Les photos sont prises pendant les phases de court-circuits du cycle *CMT*, avec un filtre passe-bande de 950 nm coupant une partie du rayonnement.

La détermination du contour du bain à partir de ces photos permet de suivre l'évolution de la taille du bain, liée aux champs thermiques induits par le procédé. La *Figure 45* montre une image type avec la détermination du contour du bain liquide. La fabrication de bruts avec inertage permet une détection plus sûre du contour, du fait de l'absence d'oxydes pouvant gêner l'observation.

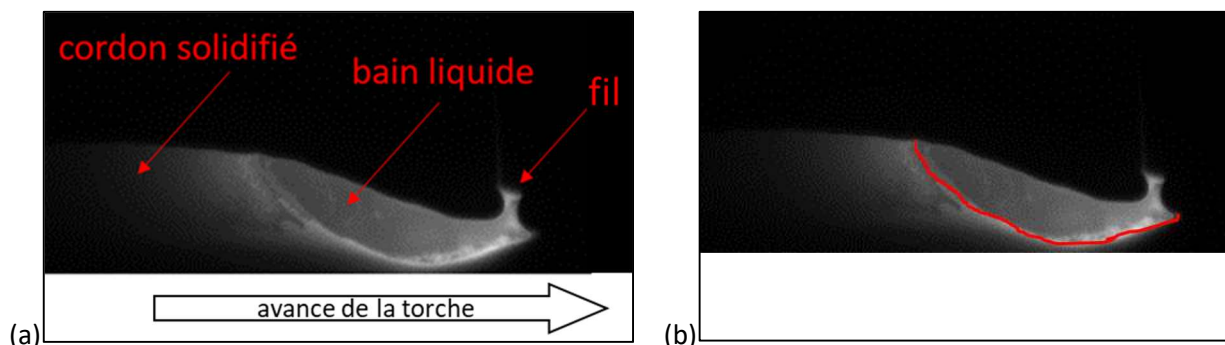


Figure 45 : détermination du contour de bain de fusion : (a) description de la scène / (b) tracé manuel du contour

D'autres clichés réalisés avec une ouverture caméra plus grande ou bien pendant les phases d'arc permettent de déterminer la hauteur du précédent dépôt en aval du bain, et ainsi d'en déduire la profondeur refondue et la hauteur de matière ajoutée lors du dépôt en cours, comme présenté en *Figure 46*.

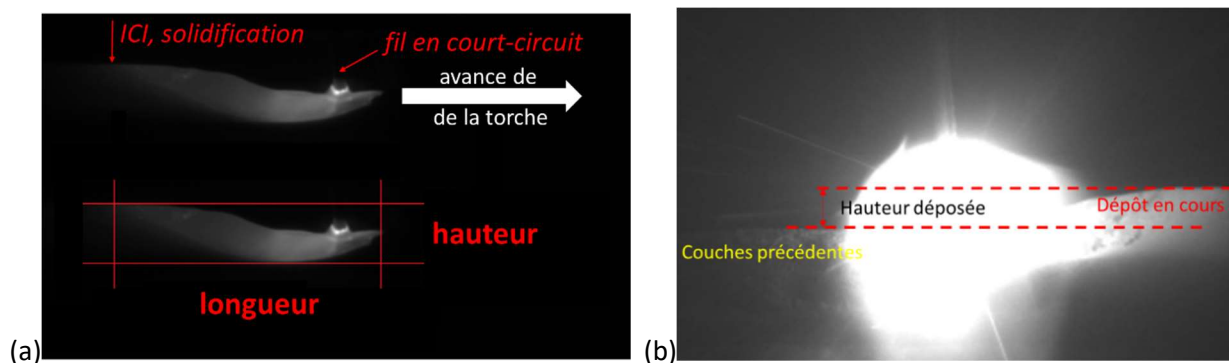


Figure 46 : détermination par le biais des clichés : (a) des hauteurs et longueurs de bords fondus / (b) des hauteurs ajoutées par la couche en cours

## 1.5 Techniques de caractérisation des matériaux

### Caractérisation microstructurale

La caractérisation microstructurale des différents murs obtenus a été réalisée par l'Institut Clément Ader (ICA) d'Albi pour le 316L et par le Laboratoire de Génie de Production (LGP) de l'ENI de Tarbes pour le TA6V. Les observations sont réalisées à l'aide de microscopes optiques (MO) et électroniques à balayage (MEB) dans le but d'analyser les microstructures formées, ou l'origine des ruptures suite aux essais de traction ou de cyclage. Des analyses par DRX et EBSD ont également été réalisées sur certains échantillons, afin de quantifier la proportion des phases formées, ou la texture globale ou locale. Des mesures de dureté ont aussi été réalisées. Enfin, des profils de la surface de certains bruts ont été mesurés grâce à un scanner 3D. Les références des outils utilisés sont répertoriées en *annexe 1*.

### Caractérisation mécanique

Les essais de caractérisations thermomécaniques (essais de traction et de cyclage instrumentés) ont été réalisés au LMGC. Les détails de préparation des éprouvettes, des outils utilisés ainsi que de la méthodologie mise en œuvre sont donnés au paragraphe 1 du chapitre IV.

## 2 Matériaux et gaz de protection

**Deux matériaux ont été retenus pour cette étude : un acier inoxydable 316L et un alliage de titane TA6V. Pour chacun, un gaz de protection spécifique a été employé.**

### 2.1 316L

Le fil d'apport utilisé possède un diamètre de 1,2 mm. Il est fourni par Voestalpine Böhler Welding France. Sa composition chimique est indiquée dans le *Tableau 4*. Le rapport Creq/Nieq de ce matériau est de 1,7 environ, ce qui devrait conduire à un mode de solidification FA (cf. §2.3.1 du chapitre I). Les substrats utilisés, sous forme de tôle d'épaisseur 10 mm, également de nuance 316L, ont une composition un peu différente. Ces différences n'ont cependant un effet que dans les premières couches déposées, dont la composition pourra être un peu différente du reste des murs, du fait de la fusion de la surface du substrat et de son mélange avec le métal liquide déposé provenant du fil d'apport. Le gaz utilisé pour assurer la protection contre l'oxydation est de l'argon mélangé à 2% de CO<sub>2</sub>, recommandé pour ce matériau afin d'assurer également une bonne stabilité de l'arc électrique [9]. Ce gaz est diffusé à travers la buse de la torche de soudage. De l'argon pur à 99,95% est aussi employé pour l'inertage. Il est utilisé à la fois pour alimenter le trainard et pour remplir le volume de la « boîte à gant » entourant l'extrémité du bras robot et la zone de construction des murs.



éléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Nib
%	0.01	0.92	1.6	0.025	0.011	18.3	2.6	12.0	<0.1	0.7

Tableau 4 : composition chimique du fil d'apport 316L utilisé

## 2.2 TA6V

Le fil d'apport choisi est de diamètre 1,2 mm. Le fournisseur est *Select Arc*, et sa composition chimique est indiquée dans le *Tableau 5*. Les tôles-substrats utilisées, d'épaisseur 5 mm, sont en alliage de titane *T40*, grade-2 selon la norme *ISO 5832-2*. Pour les raisons déjà citées, cette différence de composition n'aura d'influence que pour les premières couches déposées.

Le gaz utilisé est de l'argon de pureté 99,999%, recommandé pour le soudage de ce matériau [63]. Le même gaz est utilisé pour le trainard et le remplissage de l'enceinte de protection.

éléments	C	O	H	N	Al	V	Fe	Ti
%	0.02	0.15	0.02	0.007	6.25	3.88	0.18	solde

Tableau 5 : composition chimique du fil d'apport TA6V utilisé

## 3 Choix des conditions de fabrication des éprouvettes

*Cette partie a pour but d'expliquer les stratégies générales de fabrication des murs, tel le sens de balayage des dépôts ou l'application de pauses inter-passes. Elles sont définies selon les enseignements apportés par la bibliographie. Le détail des paramètres de soudage utilisés pour fabriquer les différents types de murs est ensuite présenté. Plusieurs jeux de paramètres sont choisis de manière à faciliter l'obtention de murs de géométries régulières. A l'issue de ces premières fabrications, les jeux de paramètres formant les murs les plus réguliers et d'épaisseurs suffisantes pour pouvoir prélever par usinage des éprouvettes d'essais seront retenus pour la production des bruts qui serviront par la suite à la caractérisation mécanique des matériaux. Pour le matériau 316L, des jeux de paramètres permettant d'obtenir des microstructures différentes ont aussi été recherchés.*

### 3.1 Stratégies de fabrication

Les effets de la stratégie de dépôt en aller-retours évoqués dans la bibliographie sont ceux recherchés pour notre fabrication : régularité du dépôt, symétrie de la géométrie du mur, et minimisation des contraintes résiduelles. La stratégie en aller-retours sera donc utilisée pour la fabrication des bruts en 316L et en TA6V. Les essais préliminaires de fabrication de murs avec différents jeux de paramètres procédé sur le TA6V ont cependant été réalisés avec un même sens de dépôt pour les différentes couches superposées.

La distance buse-dépôt est maintenue identique à chaque passe par le biais du dispositif exposé au §II.1.1. Ceci permet l'obtention d'un dépôt régulier.

La durée inter-passes a un effet sur la température de la pièce et la capacité du système pièce/montage à évacuer la chaleur à l'instant où le nouveau dépôt apporte chaleur et matière chaude. Toutes choses égales par ailleurs, augmenter cette durée permet à la pièce de refroidir et au système d'évacuer plus de chaleur. La mouillabilité s'en trouve diminuée, les cordons sont plus bombés et le relief entre passes plus marqué, la pénétration diminue. La matière est solidifiée avec un taux de refroidissement plus grand ainsi qu'un gradient thermique plus important [216][217]. Réduire cette durée inter-passes produira les effets opposés. Une trop faible durée peut cependant mener à une trop grande mouillabilité, provoquant des irrégularités voire un effondrement du bain [13]. Pour chacun des deux matériaux étudiés, plusieurs jeux de paramètres sont définis, prenant en compte les effets de la durée inter-passes.

Cependant, les deux premières passes sont réalisées pour tous les murs d'un même matériau avec la même énergie et la même durée inter-passes. Ces deux premiers cordons sont réalisés à plus haute énergie que les suivants, ce qui permet d'assurer une bonne pénétration et une mouillabilité correcte sur le substrat.

Les cordons qui suivent, qui constituent la grande majorité du volume de chacun des murs, sont déposés avec des jeux de paramètres différents selon les murs. C'est dans ces zones des bruts que sera par la suite effectuée la caractérisation microstructurale et l'extraction des éprouvettes de traction et de cyclage.

Les phases d'amorçage et d'extinction de l'arc à chaque début et fin de cordon ont lieu alors que la torche est à l'arrêt. La durée de ces phases sans mouvement de la torche est comprise entre 0,1 et 0,5 secondes. Ces réglages permettent, en plus de la stratégie aller-retours, d'améliorer l'aspect des extrémités de murs.

Sauf indication contraire, les différents murs sont réalisés sous ambiance inertée, en utilisant le système décrit au §II.1.3. Les trainards sont positionnés autour de la torche de telle sorte que la grille soit placée à 17 mm de la surface du dernier cordon. Le gaz d'inertage est introduit dans l'enceinte d'inertage quinze minutes avant le début de la fabrication, avec un débit de 18 L/min. Ce débit est maintenu pendant toute la durée de la fabrication des bruts.

Certains murs en 316L seront aussi réalisés sans inertage, afin d'étudier l'impact de l'oxydation sur le matériau.

## **3.2 Paramètres de fabrication**

### **3.2.1 316L**

Le poste CMT est piloté par des synergies, programmes créés par le fabricant et enregistrés dans les cartes mémoires des générateurs, qui permettent d'ajuster automatiquement tous les paramètres du cycle CMT en fonction du choix d'un paramètre de consigne, généralement la vitesse de dévidage de fil souhaitée.

Après des premiers essais préliminaires de dépôt de mono-cordons, la synergie CMT-0928 dédiée aux aciers inoxydables a été choisie.

La distance buse/dépôt est fixée à 15 mm.

Afin d'obtenir des microstructures différentes, et selon la bibliographie sur la solidification traitée au §2 du chapitre I, le choix des paramètres est défini de manière à faire varier les vitesses de solidification et les gradients thermiques entre les différents bruts fabriqués. Plusieurs vitesses d'avance de la torche sont choisies, car ce paramètre impacte directement la vitesse de solidification. L'augmentation du temps inter-passes et/ou la diminution de l'énergie linéique permettent quant à elles d'augmenter le gradient thermique.

Quatre jeux de paramètres sont ainsi retenus, correspondant à différentes vitesses de fil (qui détermine la puissance moyenne, et donc l'énergie linéique à vitesse d'avance constante), vitesses d'avance, et durées inter-passes. Afin d'obtenir des volumes de matière déposée proches avec les différents jeux de paramètres choisis, le rapport entre la vitesse d'avance de la torche et la vitesse du fil a été fixé à 0,1 pour les quatre jeux de paramètres.

Les paramètres secondaires de la synergie CMT-0928 ne sont pas modifiés. Les paramètres retenus sont répertoriés *Figure 47-a*.

Un cinquième mur est réalisé avec une synergie différente pour en étudier l'effet : la synergie CMT-Advanced-1375, qui est une synergie à polarité alternée, également nommée *VP-CMT*. Cette particularité a produit des microstructures équiaxes sur alliage d'aluminium [37]. Des essais préliminaires ont permis de choisir la vitesse consigne de fil, qui correspond à la vitesse minimale ayant permis d'obtenir un mono-cordon régulier.

La *Figure 47-b* a pour but de comparer les différents jeux de paramètres, comme le présente la *Figure 6* de la bibliographie. Le tracé du gradient thermique, estimé et relatif entre réglages, en fonction de la vitesse de soudage, permet de confirmer visuellement l'étendue de la plage de soudabilité définie, dont le but est l'obtention de matériaux présentant des morphologies et tailles de microstructures différentes.

Dans la suite du mémoire, ces cinq jeux de paramètres définiront cinq types de murs, repérés « Type-Px » du 316L, x étant le numéro du jeu de paramètres.

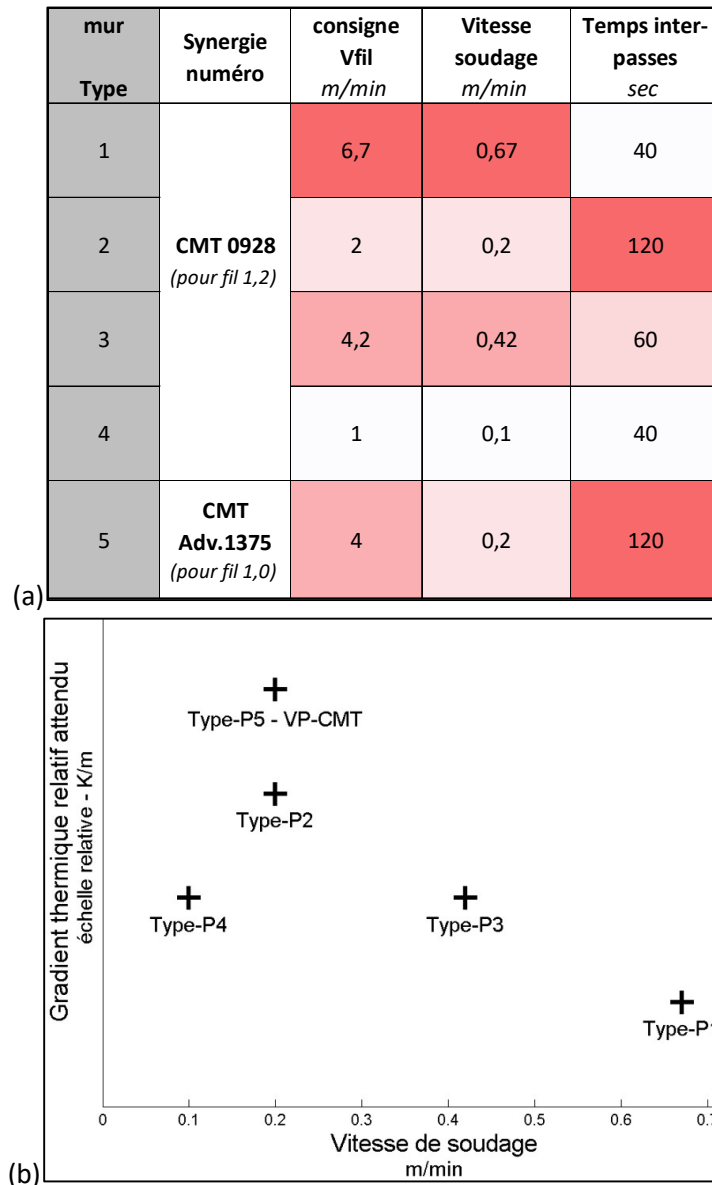


Figure 47 : (a) paramètres principaux utilisés pour les Types de murs en 316L / (b) comparaison des vitesses de soudage et des gradients thermiques relatifs attendus

### 3.2.2 TA6V

Les difficultés évoquées dans la bibliographie pour souder le titane avec le procédé *MIG-MAG* nous ont amenés à essayer plusieurs synergies. Trois synergies ont ainsi été testées : la synergie CMT-NiBAs-1693 dont la stabilité a été relevée par de précédents travaux du *LGP* [87], la synergie acier CMT-G3Si1-1622 conseillée par le service technique de Fronius comme pouvant donner de bons résultats sur alliages de titane, et logiquement une synergie dédiée au titane, la synergie CMT-Titane-1001.

Des essais préliminaires ont été réalisés avec ces trois synergies sur quelques cordons empilés, en faisant varier la vitesse de soudage et la vitesse de consigne du fil entre deux essais. Le *TA6V* étant sensible à l'oxydation à chaud, la durée inter-passes est choisie relativement importante, égale à deux minutes. Ce choix permet également d'éviter le grossissement des grains par le phénomène de surchauffe.

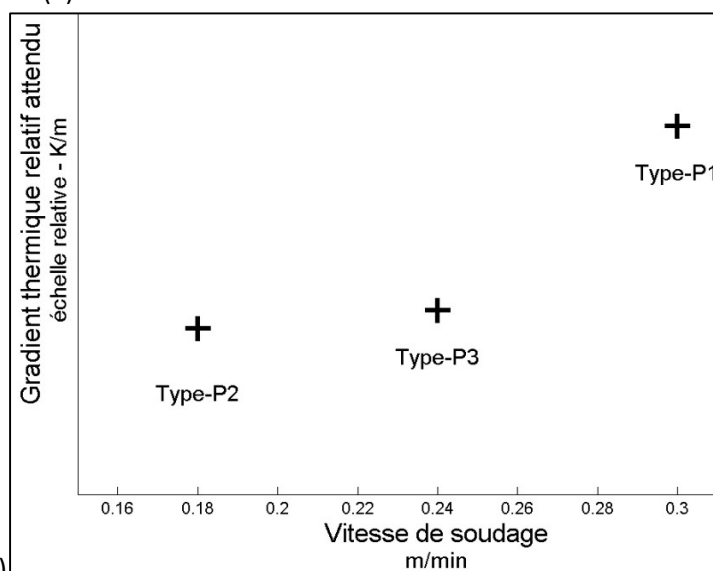
Les paramètres secondaires des synergies ne sont pas modifiés. La distance buse-dépôt est fixée à 17 mm.

Pour chacune des trois synergies, un jeu de réglages permettant d'obtenir un aspect géométrique satisfaisant a pu être déterminé. Les paramètres sont répertoriés *Figure 48-a*, et de la même manière que pour le *316L*, comparés dans un graphique en *Figure 48-b*.

Dans la suite du mémoire, ces trois jeux de paramètres définiront trois types de murs, repérés « Type-Px » du *TA6V*, x étant le numéro du jeu de paramètres.

mur Type	Synergie numéro	consigne Vfil m/min	Vitesse soudage m/min	Temps inter- passe sec
1	CMT NiBAs 1693	2,5	0,3	120
2	CMT G3Si1-1622	1,7	0,18	120
3	CMT Titane-1001	5	0,24	120

(a)



(b)

Figure 48 : (a) paramètres principaux utilisés pour les Types de murs en TA6V / (b) comparaison des vitesses de soudage et des gradients thermiques relatifs attendus

## 4 Analyses des conditions de fabrication

*Cette partie présente les résultats et l'analyse des mesures physiques obtenues avec le système d'instrumentation, lors de la fabrication des différents murs. L'apport énergétique est la conséquence directe des choix de la stratégie et des réglages du poste. La stabilité de cet apport et sa répétabilité au fil des couches témoignent de la qualité des murs fabriqués. Les mesures directes de température sur le substrat permettent d'appréhender l'impact de l'apport énergétique sur le système pièce-substrat. Le contour du bain permet d'appréhender la thermique de la zone soudée et fournit des informations utiles à la compréhension des phénomènes de solidification. Signalons aussi qu'une simulation numérique de la fabrication de ces échantillons a été développée au CEMEF de MINES ParisTech, qui fournira des données complémentaires utiles à l'interprétation des phénomènes analysés.*

### 4.1 Analyse de l'apport énergétique

#### 4.1.1 316L

Les énergies linéiques moyennes des différents Types, calculées selon l'équation (4), sont répertoriées dans le Tableau 6. Rappelons que les deux premières couches sont réalisées dans tous les murs avec une même énergie linéique, égale à 0,45 kJ/mm d'après le calcul effectué à partir des signaux électriques enregistrés, et une durée inter-passes de 35 secondes. Pour chaque Type de mur, les couches suivantes sont toutes identiques et réalisées selon un jeu de paramètres propre à ce mur. Mis à part le Type-P5-VP-CMT dont l'énergie linéique est relativement basse, les écarts entre les énergies linéiques des différents Types sont limités, ne dépassant pas 36%. Notons que les murs de Type-P2 et -P4 sont fabriqués avec la même énergie linéique, mais le Type-P2 correspond à une vitesse d'avance deux fois plus élevée et une durée inter-passes trois fois plus grande que le Type-P4.

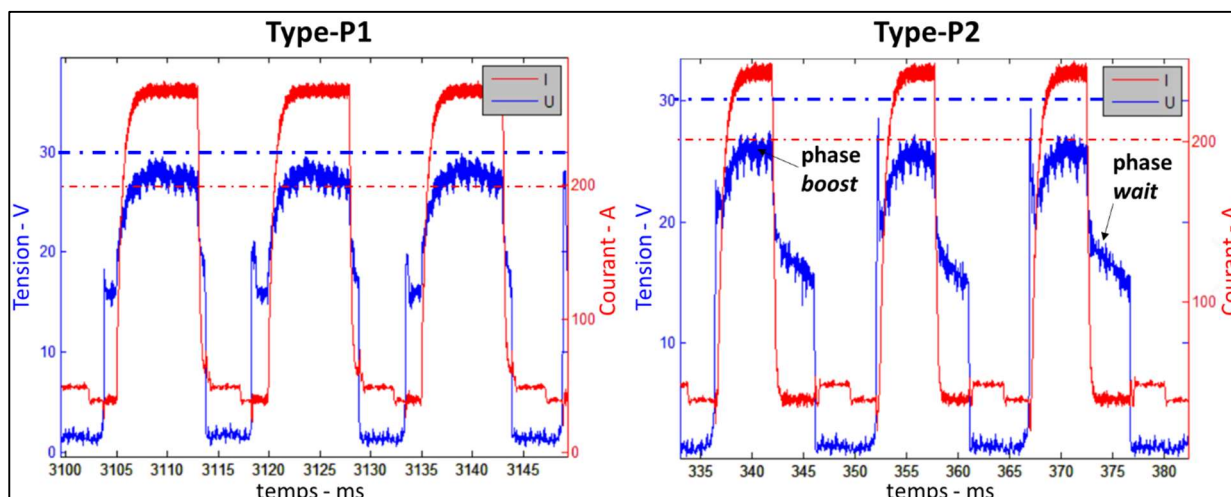
Le temps de fabrication pour dix couches, qui dépend à la fois de la vitesse d'avance et des durées inter-passes, est également présenté dans le *Tableau 6*.

On peut voir que cette durée varie du simple au triple si l'on compare les Types-P1 et -P2 ou -P5. De ce fait, la puissance moyenne de construction des murs, calculée en divisant l'énergie utilisée pour la fabrication de 10 couches par la durée de fabrication intégrant les durées inter-passes, varie énormément d'un Type à l'autre, avec des écarts de près de 1 à 10 si l'on compare les Types-P5 et P1. Ces différences devraient conduire à des variations de température très différentes, notamment lors du refroidissement des murs.

Type n°	-P1	-P2	-P3	-P4	-P5 –VP-CMT
Vitesse d'avance (m/min)	0,67	0,2	0,42	0,1	0,2
Puissance moyenne de cycle $U_{arc} \cdot I_{arc}$ (W)	4132	900	2170	450	433
Energie linéique (kJ/mm)	0,37	0,27	0,31	0,27	0,13
Temps de fabrication pour 10 couches (s)	534	1650	814	1300	1650
Puissance moyenne de construction pour 10 couches (W)	1039	245	571	312	118

*Tableau 6 : caractéristiques énergétiques des différents types de fabrication en 316L*

La *Figure 49* compare les formes d'ondes électriques des Type-P1 et Type-P2 pour la troisième couche. Malgré des paramètres bien différents, les durées de cycles sont proches, de l'ordre de 14 ms. La différence la plus importante est que pour le Type-P1, la phase d'arc chaud, dite de « *boost* », est plus longue et son intensité et sa tension sont plus élevées, ce qui explique l'énergie linéique supérieure. La forte énergie de la phase de « *boost* » favorise la formation de gouttes de métal liquide grossières à l'extrémité du fil d'apport. La phase d'arc-froid, dite de « *wait* », permettant le maintien de la goutte à l'extrémité du fil au cours de la descente du fil avant le court-circuit, est très courte pour le Type-P1. Ce résultat peut s'expliquer par une vitesse de descente du fil plus rapide au cours des phases d'arc froid du Type-P1, qui entraîne l'apparition rapide des phases de court-circuit, au cours desquelles sont déposées les gouttes grossières dans le bain liquide déjà formé.



*Figure 49 : formes d'ondes des tensions et intensités des Type-P1 et -P2 à la 3ème couche de fabrication d'un mur en 316L*

La *Figure 50* montre que l'énergie linéique ainsi que les fréquences des cycles du CMT sont très régulières sur les différentes couches, au cours de la fabrication du mur. L'écart-type mesuré sur les fréquences de toutes les couches considérées pour les Type-P1 et -P2 est de seulement 1,4 Hz, pour une moyenne de 68,8 Hz pour le Type-P1 et de 72,8 Hz pour le Type-P2. Ces faibles différences proviennent des variations de durée des phases « *wait* » et de court-circuit, qui peuvent être affectées par le comportement du métal

liquide, lorsque la goutte de métal liquide formée à l'extrémité du fil entre en contact avec le bain liquide, et lorsque le fil se rétracte après l'établissement du court-circuit, formant un « pont » liquide de plus en plus étroit entre le fil et le bain, jusqu'à la séparation du fil et le réamorçage de l'arc électrique. Ces variations de durée des phases « wait » et de court-circuit sont aussi responsables des variations des énergies linéiques, qui sont calculées à partir de la moyenne des intensités et tensions sur un cycle CMT complet. On peut ainsi constater, devant les faibles variations observées de l'énergie linéique et de la fréquence, que le procédé est stable, ce qui se traduit par des dépôts répétables au cours de la fabrication.

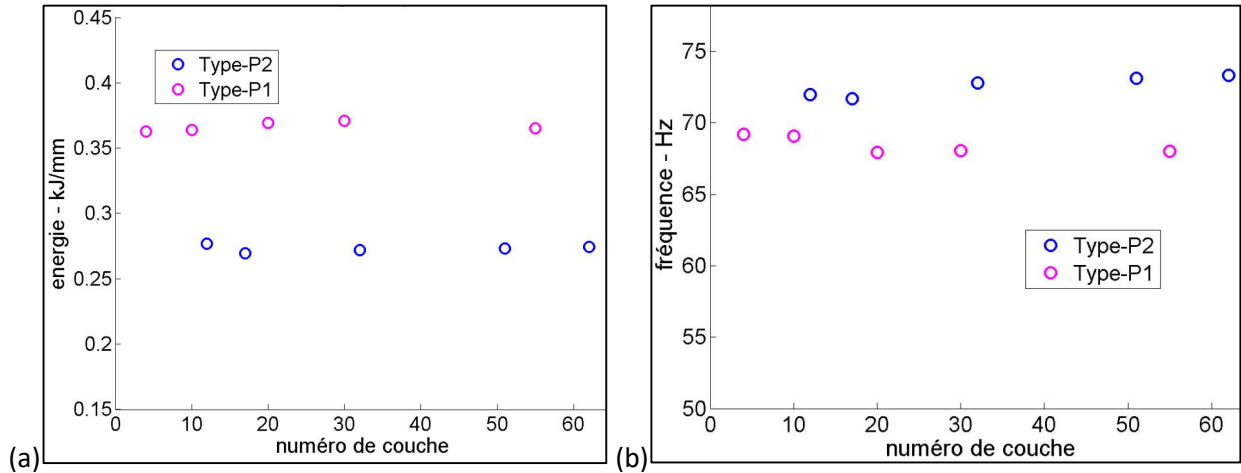


Figure 50 : (a) énergie linéique et (b) fréquence des cycles CMT calculées sur 10 secondes en régime stationnaire dans différentes couches lors de la fabrication des murs en 316L, pour les Type-P1 et -P2

La Figure 51 montre l'évolution de la tension en fonction de l'intensité sur 5 secondes de dépôt pour le Type-P1, soit environ 350 cycles CMT, aux dixième et trentième couches. Des zones denses en points montrent que le procédé repasse par les mêmes points de fonctionnement. Peu de points sont isolés, témoignant de la stabilité du procédé au cours des cycles.

Enfin, l'allure des courbes ainsi que les valeurs sont similaires à 20 couches d'écart, confirmant la répétabilité d'une couche à l'autre.

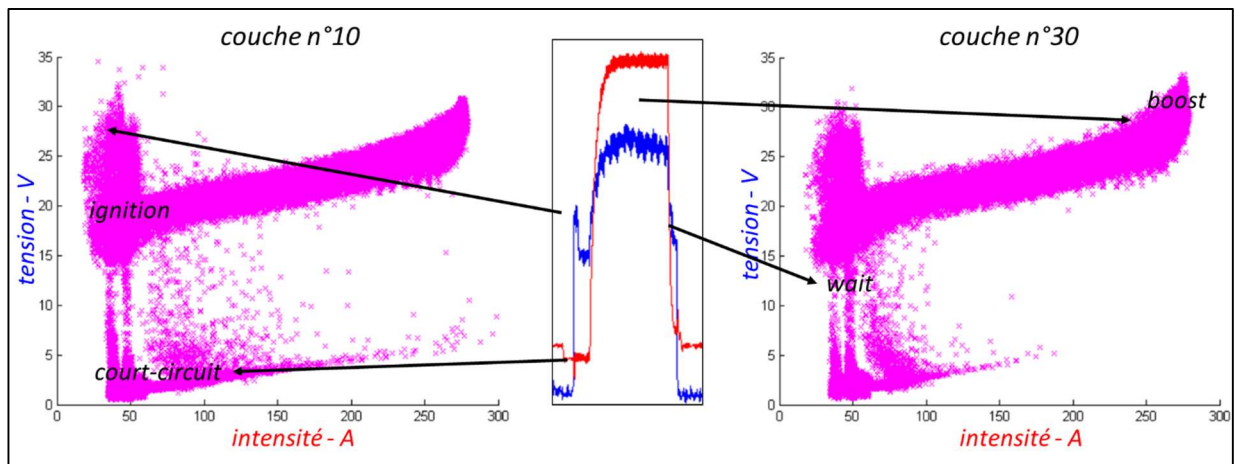


Figure 51 : Tracé  $U = f(I)$  pour deux couches d'un mur en 316L Type-P1. Mise en parallèle avec les formes d'onde et les différentes phases du cycle CMT

#### 4.1.2 TA6V

Comme pour les murs en 316L, les deux premières couches de tous les murs en TA6V sont déposées avec la même énergie linéique, égale à 0,4 kJ/mm, d'après le calcul effectué à partir des intensités et tensions moyennes au cours d'un cycle, et une durée inter-passes de 34 secondes. Le Tableau 7 présente les énergies linéiques fournies par le poste lors du dépôt des couches suivantes pour les différents Types de murs fabriqués, calculées selon l'équation (4). Les tensions et intensités moyennes ne sont pas calculées ici avec les données de la plateforme d'acquisition Labview, mais à partir des valeurs moyennes enregistrées par le poste de soudage.

Type n°	-P1	-P2	-P3
Energie linéique (kJ/mm)	0,18	0,31	0,28 (données poste) 0,34 (données plateforme)
Temps de fabrication pour 10 couches (s)	1800	1560	1680
Puissance moyenne de construction pour 10 couches (W)	150	298	250 (données poste) 303 (données plateforme)

Tableau 7 : caractéristiques énergétiques des différents types de fabrication en TA6V

L'énergie linéique a également été mesurée par le biais de la plateforme pour le Type-P3, révélant une sous-estimation du calcul de l'énergie à partir des valeurs de tension et intensité moyennes mesurées par le poste. L'énergie linéique du Type-P3, calculée à partir des enregistrements de la plateforme d'acquisition, est stable au fil des couches, évoluant entre 0,32 et 0,34 kJ/mm, avec un écart type de 0,01 kJ/mm pour sept différentes couches étudiées. Les fréquences du cycle CMT sont également stables au cours du montage du mur. La moyenne des fréquences relevées est de 70,9 Hz, avec un écart-type de 0,8 Hz.

La Figure 52 montre la forme d'onde particulière de la synergie CMT Titane-1001 utilisée pour la fabrication du mur de Type-P3 : les phases classiques du CMT sont présentes, mais une phase supplémentaire est observée, avec une faible tension et une intensité forte. Cette phase, qui intervient en début de court-circuit, pourrait avoir été ajoutée pour éviter le refroidissement trop rapide du métal liquide, par chauffage du fil par effet Joule, et maintenir ainsi la fluidité du liquide pendant le dépôt de la goutte formée à l'extrémité du fil au sein du bain. L'intensité est ensuite diminuée peu avant la rupture du court-circuit et le réamorçage de l'arc, sans doute pour éviter l'apparition de projections lors de la rupture du pont liquide due au retrait du fil.

Le temps d'un cycle complet est de l'ordre 14 ms, tout comme pour les fabrications 316L.

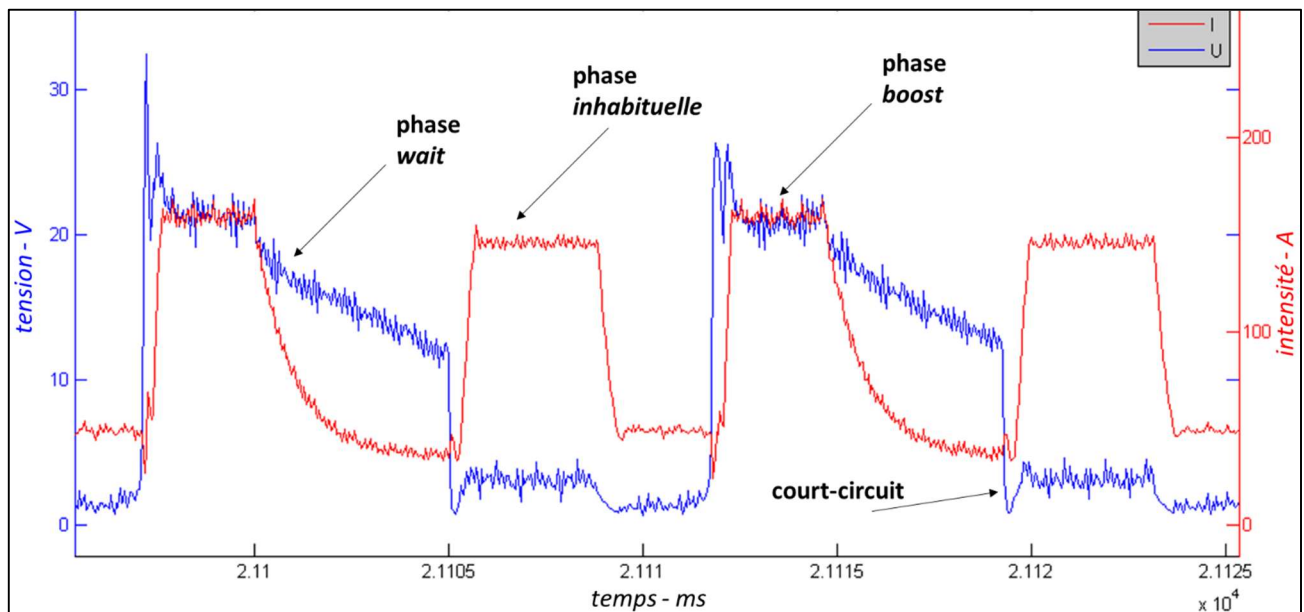


Figure 52 : formes d'ondes des tension et intensité du Type-P3 à la couche n°5 du mur en TA6V

## 4.2 Analyse des cycles thermiques

### 4.2.1 316L

La mise en œuvre des thermocouples de mesure est présentée au §II.1.4.

Seules les fabrications de Types-P1 et -P2 ont été instrumentées, car elles correspondent aux plus fortes et plus faibles puissances moyennes au cours de la fabrication (Tableau 6), si l'on excepte le Type-P5, qui n'a pas donné de géométrie satisfaisante, comme nous le verrons dans la dernière partie du chapitre. Trois thermocouples ont été positionnés sur le substrat : un thermocouple sur sa tranche, dont la position est indiquée sur la Figure 41, et deux autres positionnés sur sa surface, à 6 mm de l'axe du cordon, comme présenté sur la Figure 44.

Les résultats des mesures des thermocouples pour le Type-P2 pour l'ensemble des couches sont reportés *Figure 53*. Les numéros de couche sont indiqués en haut du graphique. La courbe verte est celle du thermocouple *dessus\_centre* (référence), tandis que la courbe violette correspond à la mesure du thermocouple situé sur la tranche.

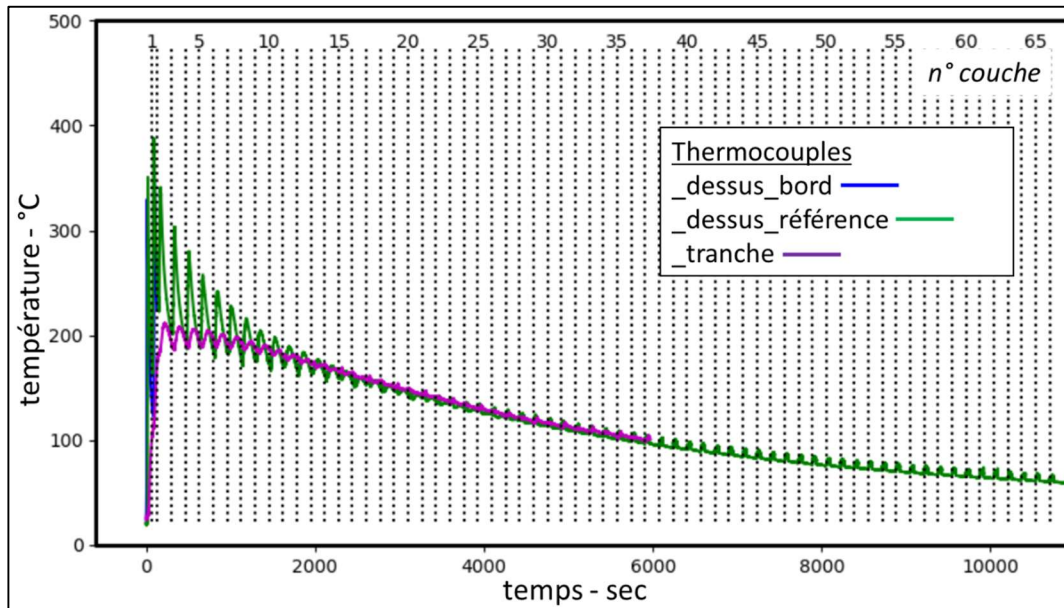


Figure 53 : températures relevées par le biais des thermocouples : ensemble des couches du Type-P2

La *Figure 54* présente les mêmes résultats pour le Type-P1. On peut constater que pour chaque couche déposée, la température du substrat augmente rapidement, puis diminue après le passage de la torche. Ces variations de température sont plus importantes au niveau du thermocouple de surface, qui est plus proche des couches déposées, que sur la tranche. Pour le Type-P2, la température maximale atteinte par les deux thermocouples augmente au cours des deux ou trois premières couches déposées, puis diminue lors du dépôt des couches suivantes. En revanche, pour le Type-P1, la température maximale mesurée lors du dépôt d'une couche augmente jusqu'à la dixième couche environ, avant d'amorcer une diminution. Ce résultat est bien sûr corrélé à la puissance moyenne calculée dans le *Tableau 6* en intégrant la durée inter-couches, qui est plus de quatre fois plus élevée pour le Type-P1 que pour le Type-P2, ce qui rend l'évacuation de la chaleur plus difficile, et donc l'augmentation de la température du substrat plus importante. Celle-ci atteint une valeur maximale de près de 500°C au niveau du thermocouple de surface après le dépôt d'une dizaine de couches dans le cas du Type-P1, contre moins de 400°C pour le Type-P2.

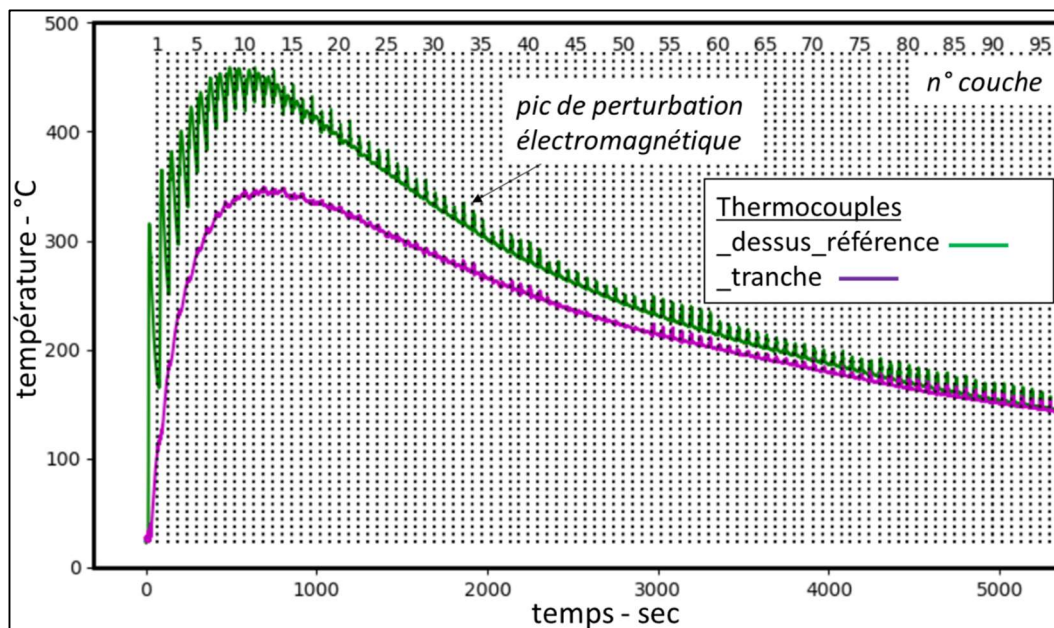


Figure 54 : températures relevées par le biais des thermocouples : ensemble des couches du Type-P1



La Figure 55 montre plus en détail les cycles correspondant aux six premières couches déposées pour le Type-P2. Les courbes présentent du bruit correspondant aux instants de soudage, lié à un phénomène électromagnétique perturbant la ligne d'acquisition. Le thermocouple *dessus\_bord*, le plus proche du début de la première couche déposée, est le premier à présenter une élévation de température. En revanche, il mesure une élévation de température plus tardive que le thermocouple référence lors du dépôt de la seconde couche, du fait de la stratégie de dépôt aller-retour. La température maximale est atteinte à la seconde couche pour les deux thermocouples du dessus, avec un maximum autour des 400°C pour le thermocouple *dessus\_centre*. Les taux de refroidissement qui suivent les pics de température sont proches pour les deux thermocouples lors de la première couche, alors que pour la seconde, le taux de refroidissement du thermocouple *dessus\_bord* est supérieur. Ceci peut s'expliquer par un pompage thermique supérieur dû au montage des brides sur les bords et/ou bien par le fait que la zone de démarrage de la première couche a accumulé moins de chaleur lors du dépôt de la seconde couche, comme le montre la température plus faible mesurée par ce thermocouple avant le passage de la seconde couche. Ce résultat montre que, pour les premières passes du moins, des différences de taux de refroidissement sont présentes entre les zones de cordons situées aux extrémités et celles situées au centre du mur. Après quelques couches déposées, les températures mesurées par les thermocouples *dessus-centre* et *tranche* convergent vers une température qui décroît lentement au fil de la fabrication.

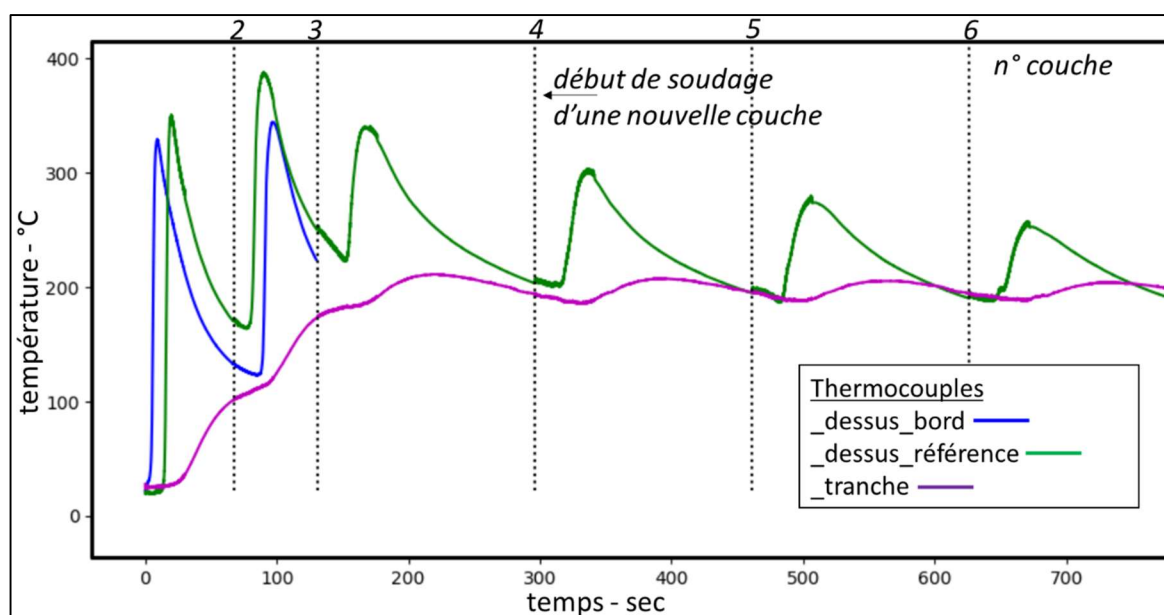


Figure 55 : mesures par thermocouples des températures relevées sur les 6 premières couches de la fabrication Type-P2

Pour le Type-P1, du fait de l'apport énergétique plus important, le gradient thermique entre les températures mesurées par les thermocouples *dessus\_centre* et *tranche* persiste durant toute la fabrication, même s'il se réduit progressivement (Figure 54).

#### 4.2.2 TA6V

La fabrication du Type-P3, qui présente la géométrie la plus régulière comme cela sera discuté dans la partie suivante, a été instrumentée avec 4 thermocouples, dont les positionnements sont présentés Figure 56-a-b. Deux thermocouples sont positionnés au centre, à moitié de la longueur du cordon, et ne sont distants que de 5 mm.

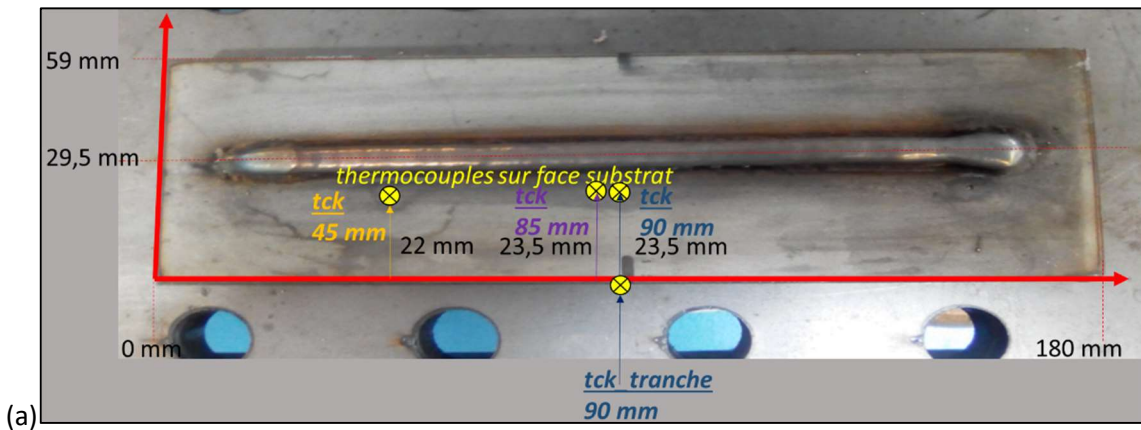


Figure 56 : (a)(b) montage et positionnement des thermocouples sur le substrat lors de la fabrication du mur en TA6V de Type-P3

Présentées en Figure 57, les températures relevées par ces deux thermocouples sont de plus de 600°C à la première couche déposée, donc supérieures à celles mesurées sur le 316L aux mêmes positions, alors que l'énergie linéique est plus faible sur TA6V (0,4 kJ/mm contre 0,45 kJ/mm pour les deux premières couches). Ce résultat peut s'expliquer en partie par la moins bonne conductivité du titane, et sa plus faible capacité thermique volumique, liée à la faible densité du matériau, qui entraîne une plus forte élévation de température que le même volume de 316L, pour une même énergie apportée. Ce résultat peut également être lié aux différences de montage de fabrication, comportant deux sous-tôles pour le TA6V. La température maximale des thermocouples du dessus mesurée à chaque nouvelle couche déposée décroît ensuite, dès la seconde couche déposée. A partir de la dixième couche environ, la température de tous les thermocouples tend vers une même valeur, qui diminue ensuite lentement.

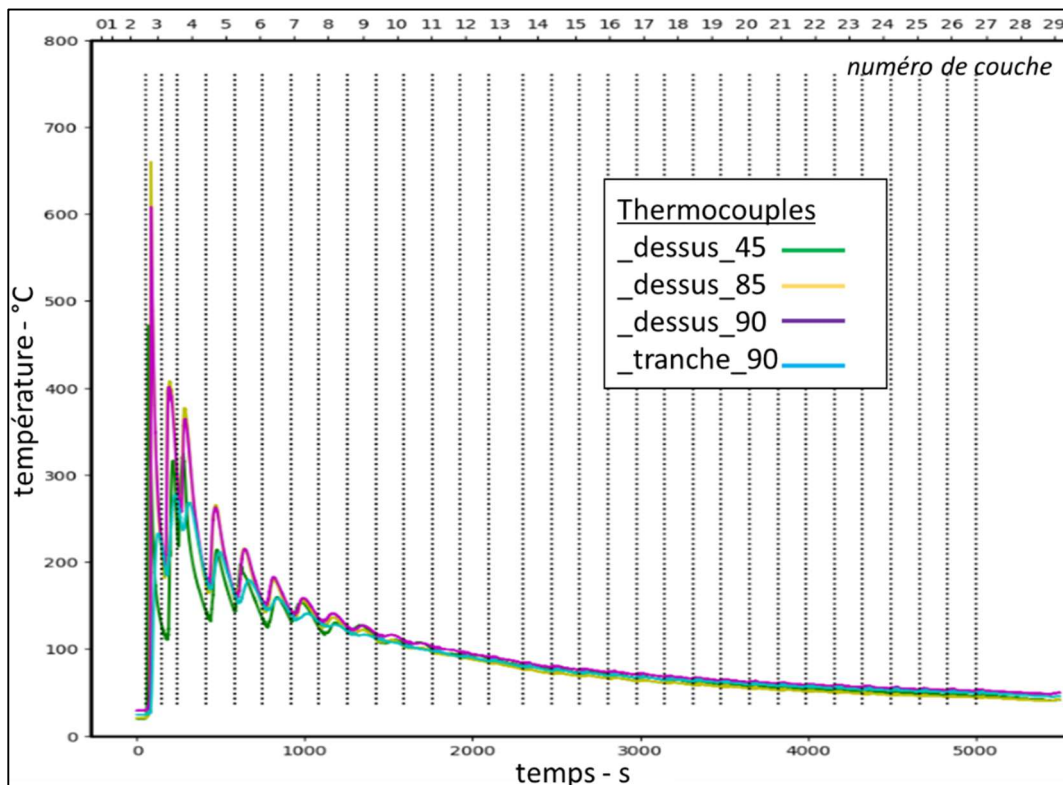


Figure 57 : résultats de mesures des thermocouples selon leur positionnement sur le mur en TA6V de Type-P3

### 4.3 Contours du bain de fusion

#### 4.3.1 316L

Le principe de la mesure des longueurs et hauteurs du bain fondu après calibration de la caméra est présenté en *Figure 45*. Les résultats sont rassemblés sur la *Figure 58*. Pour les Types-P1 et -P2, les mesures ont été effectuées respectivement jusqu'à la trente-troisième et la quarante-deuxième couche, soit à des hauteurs respectives de dépôts de 54,5 mm et 97,4 mm.

La hauteur du bain apparaît stable dès la troisième couche pour les deux Types. La longueur du Type-P2 présente une stabilisation dès la quatrième couche, témoignant d'un régime thermique quasi-stationnaire atteint. Pour le Type-P1, la longueur augmente fortement lors des trois premières couches, puis plus progressivement jusqu'à la dix-neuvième couche, avant de se stabiliser. Ce nombre important de couches nécessaire à l'atteinte du régime thermique quasi-stationnaire est cohérent avec les mesures thermiques par thermocouples effectuées sur le substrat. Ces mesures avaient montré que le substrat continuait de s'échauffer après plus d'une dizaine de couches déposées, avant que l'évacuation de chaleur, principalement par conduction dans le montage et la table d'essai, ne compense l'apport de chaleur fourni au substrat par le mur en construction. Avec l'empilement des couches au cours de la construction, le bain liquide s'éloigne de plus en plus du substrat, rendant l'évacuation de chaleur à travers le substrat plus difficile, et favorisant donc l'accumulation de chaleur dans la partie haute du mur et l'augmentation de la taille du bain de fusion. Il faut alors presque une vingtaine de couches avant que le substrat, qui a commencé à refroidir, ne puisse absorber la quantité de chaleur accumulée dans la partie haute du mur du Type-P1.

La hauteur du bain de fusion prend en compte à la fois la part refondue et la part ajoutée par la couche en cours de dépôt. Leur contribution respective peut être déterminée à partir des images captées en phase d'arc. Ce dernier éclaire suffisamment le dépôt précédent et permet la détermination du contour de la couche précédente (*Figure 46*).

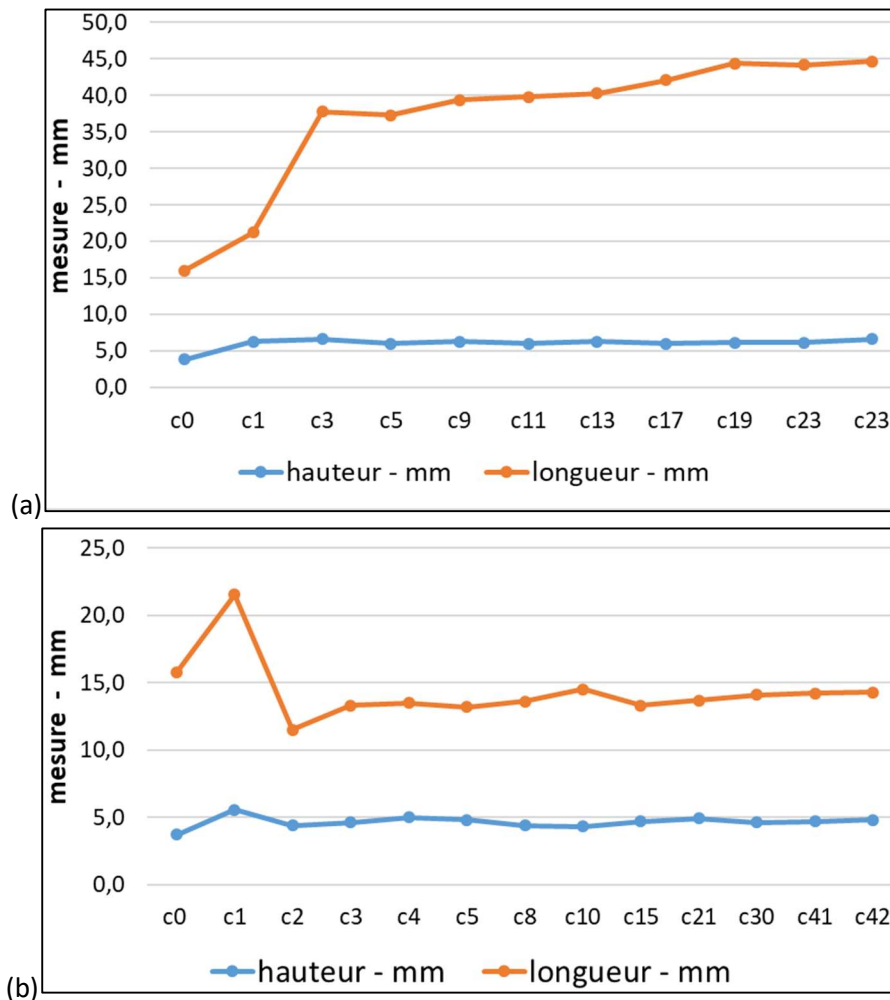


Figure 58 : évolution de la taille du bain liquide en fonction du numéro des couches pour les murs (a) Type-P1 et (b) Type-P2 en 316L

Le *Tableau 8* présente les différentes mesures effectuées pour les Type-P1 et -P2, sur des cordons ayant atteint des dimensions stabilisées. Les parts refondues déterminées sur ces observations en surface sont importantes. Elles témoignent d'un apport énergétique suffisamment conséquent pour pénétrer la couche sous-jacente.

Type n°	316L		TA6V
	-P1	-P2	-P3
<u>totale</u> – mm (sur 10 clichés)	6,3 ± 0,3	4,8 ± 0,3	6,5 ± 0,3
<u>refondue</u> – mm (sur 5 clichés)	5,0 ± 0,4	2,7 ± 0,3	4,2 ± 0,2
<u>ajoutée</u> – mm (sur 5 clichés)	1,2 ± 0,3	2,1 ± 0,3	2,3 ± 0,2

Tableau 8 : hauteurs refondue et ajoutée par la couche en cours déterminées par le biais des clichés de bain fondu

La hauteur totale, et surtout la longueur du bain de fusion du Type-P1 sont supérieures à celles du bain formé dans les murs de Type-P2. Ce résultat est cohérent avec la forte énergie linéique et la faible durée inter-passes utilisées pour le Type-P1, qui favorisent à la fois la formation d'un bain de grandes dimensions du fait de la forte énergie linéique, et l'accumulation de chaleur dans le substrat et le mur déjà construit du fait de la faible durée inter-passes. La longueur de bain, trois fois plus importante dans le cas des murs de Type-P1, s'explique aussi par la grande vitesse d'avance de la torche, qui favorise la formation de bains de fusion très allongés.

Il est également constaté dans le *Tableau 8* que la profondeur refondue dans les murs de Type-P1 est plus importante, ce qui est cohérent avec le plus fort apport énergétique, mais que la hauteur ajoutée est plus faible, alors que la quantité de matière déposée est sensiblement la même pour les deux types (rapport Vitesse d'avance/Vitesse fil identique). Ce résultat semble montrer que la couche ajoutée est plus large

dans le cas du mur de Type-P1, en cohérence avec les fortes énergies utilisées, qui favorisent le mouillage et donc la formation de cordons plus larges et moins hauts.

#### 4.3.2 TA6V

Les mesures des tailles de bain ont été réalisées sur le Type-P3 uniquement et sont présentées en *Figure 59*. La longueur de bain croît de la première à la sixième couche, où un régime stationnaire semble atteint. La taille de bain stabilisée est supérieure, mais assez proche de celle formée sur le 316L avec les paramètres du Type-P2, qui correspond à une puissance moyenne un peu inférieure mais du même ordre, si on intègre les durées inter-passe (cf. *Tableau 6* et *Tableau 7*). En revanche, la taille stabilisée, correspondant au régime thermique quasi-stationnaire, est atteinte après un plus grand nombre de passes avec le TA6V, probablement du fait de la faible conductivité du matériau.

Les hauteurs refondue et ajoutée évaluées sur les bains de fusion en TA6V de taille stabilisée sont également reportées dans le *Tableau 8*.

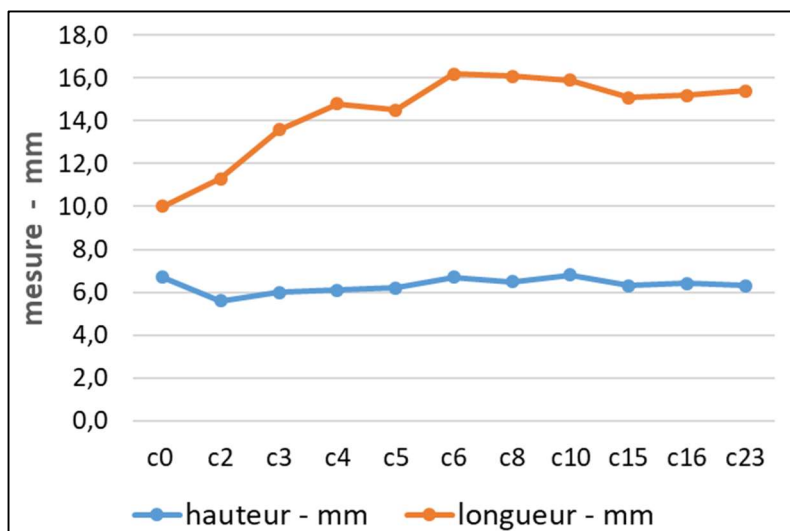


Figure 59 : évolution de la taille du bain liquide en fonction du numéro des couches pour le Type-P3 en TA6V

#### 4.4 Remarques sur l'oxydation

La visualisation des murs avant usinage et découpe apporte des informations quant au niveau d'oxydation atteint par le matériau en surface au cours de la fabrication.

Les deux murs en 316L présentés *Figure 60*, qui ont été fabriqués sans inertage, présentaient un aspect sombre laissant supposer la présence d'oxydes en surface, mais le simple fait de nettoyer à l'eau et de brosser la surface mène à un aspect plus propre, révélant une surface exempte d'oxydes.

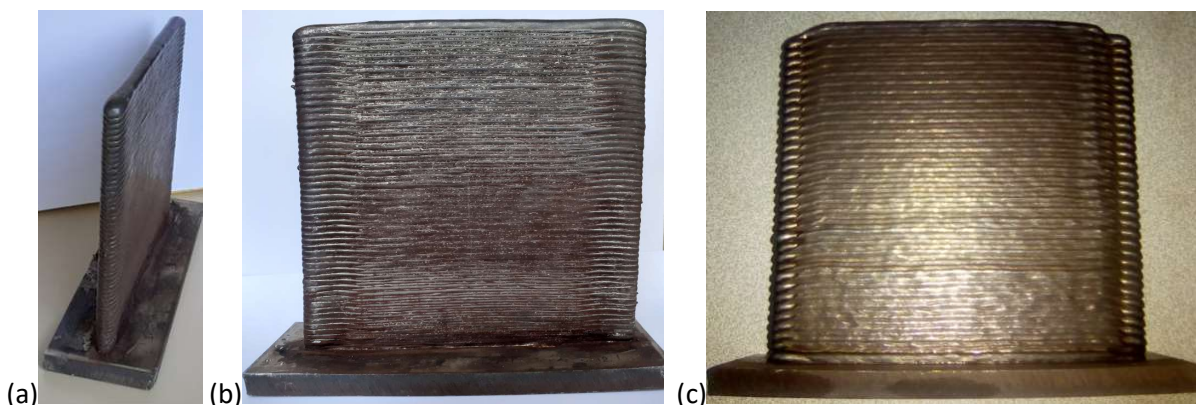


Figure 60 : (a)(b) photos de murs en 316L Type-P1 fabriqués sans inertage / (c) mur de Type-P2 fabriqué sans inertage après nettoyage

La *Figure 61-a* montre la présence de dépôts noirs ou blancs sur la surface de la torche et des trainards lors de la fabrication des murs en TA6V. Les dépôts noirs pourraient provenir de résidus issus des fils

d'apport, qui n'ont pas été dégraissés avant mise en œuvre. Le dépôt blanc est probablement de l'oxyde de titane, et témoigne ainsi de la présence d'oxygène résiduel. En revanche, les murs fabriqués en TA6V sont exempts de dépôt. L'aspect après nettoyage est visible *Figure 61-b*. La surface est de couleur marron, témoignant d'une légère oxydation de surface. Ainsi, malgré l'utilisation de trainards et d'une cloche d'inertage, il n'a pas été possible d'éliminer complètement l'oxydation de surface des murs en TA6V.

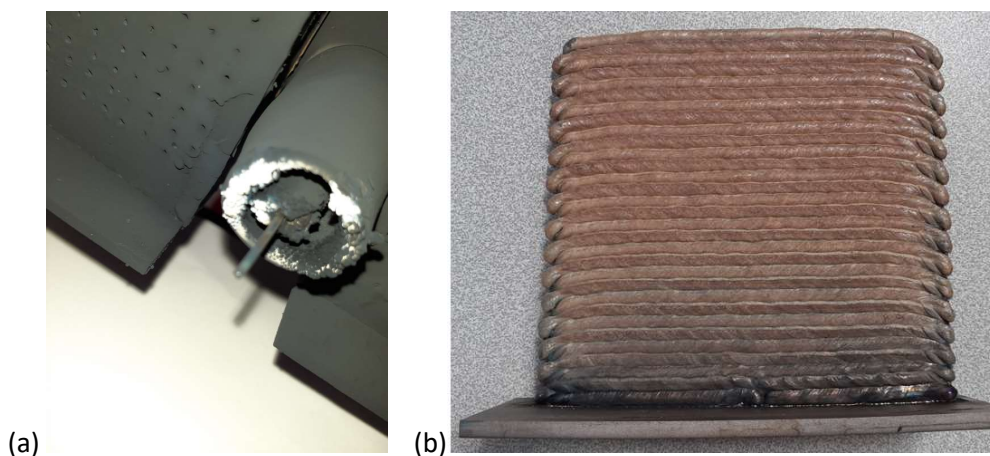


Figure 61 : fabrication de murs en TA6V : (a) vue de dessous des trainards et de la buse / (b) photo d'un mur Type-P3

## 5 Caractérisation morphologique

*Cette partie a pour objectif de présenter les caractéristiques morphologiques des murs au travers de quelques données géométriques mesurées sur les dépôts et de faire le lien avec les paramètres du procédé. Les caractérisations portent sur la mesure de l'épaisseur des murs et de ses variations dans la hauteur, la mouillabilité entre cordons et la régularité de la morphologie au fil du dépôt.*

### 5.1 Murs en 316L

La *Figure 62* présente des photographies de murs de 150 mm de long et de différentes hauteurs réalisés avec les cinq différents jeux de paramètres procédé. Les résultats présentés ci-après ont été obtenus par l'ICA [218][219][220].



Figure 62 : photos des murs en 316L produits avec les paramètres de Type-P1 à -P5 de droite à gauche

Les mesures des caractéristiques morphologiques des murs ont été réalisées en utilisant deux méthodes (Tableau 9).

Mur Type n°	$E_{max}$ (mm)	$E_{min}$ (mm)	$hc_{moy}$ (mm)	Sz (mm)	Sa (mm)	Rsm (mm)
1	8,66	6,82	-	0,37	0,06	1,3
1 sans inertage	9,0	7,9		0,94	0,10	
2	5,75	4,28	0,22	0,70	0,095	2,2
2 sans inertage	5,2	4,4	0,30	0,88	0,122	
3	7,40	6,06	-	0,35	0,07	1,6
4	4,69	2,91	0,51	0,90	0,13	2,2
5	6,12	3,40	0,56	1,4	0,255	3,9

Tableau 9 : caractéristiques morphologiques des différents murs en 316L

La première est basée sur des mesures effectuées sur des coupes transversales des murs prélevées dans la partie centrale, à l'aide du logiciel *Aphelion*. Les épaisseurs maximales et minimales  $E_{max}$  et  $E_{min}$  sont ainsi déterminées, ainsi que la hauteur moyenne  $hc_{moy}$  des « bourrelets » formés par les cordons, qui donne une indication de la qualité de l'état de surface (Figure 63-a).

La seconde méthode est une mesure de la topologie des surfaces de murs, réalisée à l'aide d'un microscope à variation de focus *Alicona*, d'un microscope confocal à champ étendu *AltiSurf* et du logiciel *AltiMap*. Les hauteurs moyennes des cordons  $Rsm$ , ainsi que la profondeur maximale et moyenne des sillons, estimées à partir des paramètres de rugosité Sz et Sa, sont mesurées à partir des profils de surface (Figure 63-b).

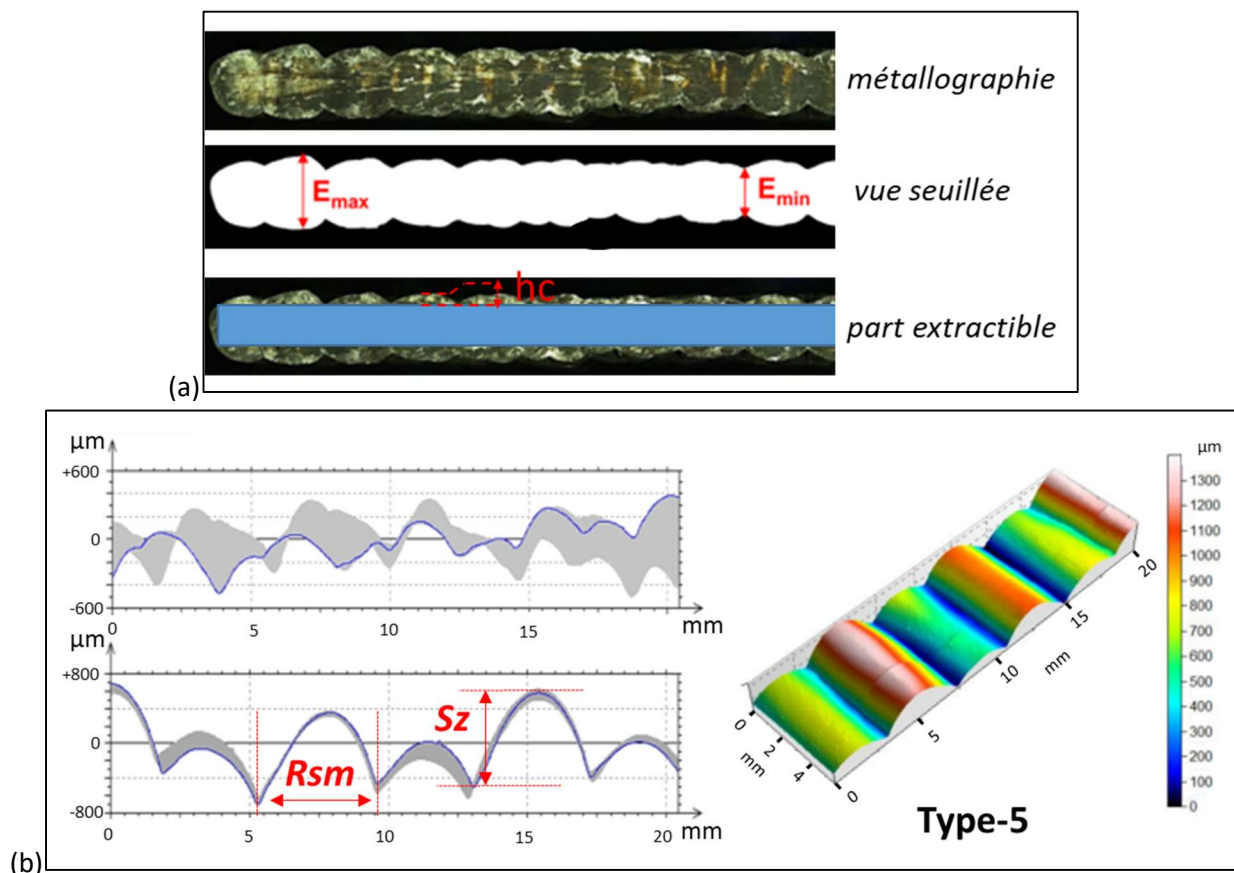


Figure 63 : (a) définition des caractéristiques morphologiques mesurées à partir des coupes transversales des cordons et (b) des caractéristiques morphologiques mesurées à partir des profils de surface

Les épaisseurs  $E_{max}$  et  $E_{min}$  sont maximales pour le mur Type-P1, qui présente également de faibles profondeurs de sillons Sz et Sa. Ce résultat peut s'expliquer par un bon mouillage des cordons du dépôt

Type-P1 sur le cordon sous-jacent, qui limite les ondulations de la surface, et donc les nécessaires reprises d'usinage pour obtenir des surfaces planes. Ce comportement est en lien avec les fortes énergies employées pour la fabrication des murs de type-P1, qui augmentent la température de la zone fondue et des zones voisines.

Le mur de Type-P3, réalisé avec l'énergie linéique la plus élevée après celle du mur Type-P1, possède également des épaisseurs élevées, et les profondeurs des sillons sont du même ordre que celles mesurées sur le mur de Type-P1.

Le mur de Type-P2, qui a été fabriqué avec l'énergie linéique et la puissance moyenne de construction les plus basses pour cette synergie, est plus étroit, et présente des profondeurs de sillons plus élevées que celles des deux murs précédents.

Enfin, le Type-P4, qui est réalisé avec les plus faibles vitesses d'avance et puissances moyennes de cycle, est le plus étroit des quatre murs fabriqués avec cette synergie, et présente les plus fortes ondulations de surface, révélées par des valeurs élevées des paramètres  $hc_{moy}$ ,  $Sa$  et  $Sz$ . Ce résultat peut paraître un peu surprenant, car ce mur, réalisé avec la même énergie linéique que le mur de Type-P2, a été construit avec des durées inter-passes plus faibles, ce qui se traduit par une puissance moyenne de construction un peu plus élevée, et on aurait donc pu s'attendre à une épaisseur de murs du même ordre pour ces deux types.

La morphologie du mur de Type-P5, réalisé avec une autre synergie et l'énergie linéique ainsi que les puissances moyennes de cycle et de construction les plus basses, est la plus irrégulière, montrant des profondeurs maximales de sillons plus de deux fois supérieures à celles mesurées sur les murs des Types-P1 à -P3.

Les murs construits sans inertage présentent des morphologies un peu moins régulières, visibles en *Figure 64*. Pour le Type-P1, la profondeur maximale  $Sz$  des sillons passe en effet de 0,37 à 0,94 mm en supprimant l'inertage, et de 0,7 à 0,88 mm pour le Type-P2. L'oxydation de surface semble donc réduire le mouillage des cordons, augmentant les ondulations de surface.

Pour terminer, l'aspect des extrémités de cordons, visibles en *Figure 62*, est globalement bon pour les murs Type-P1 et -P3, réalisés avec les plus fortes énergies linéiques et puissance moyenne de construction. L'aspect est un peu moins bon pour les murs du Type-P2, ce qui n'empêche pas l'obtention d'un dépôt régulier sur la longueur des cordons.

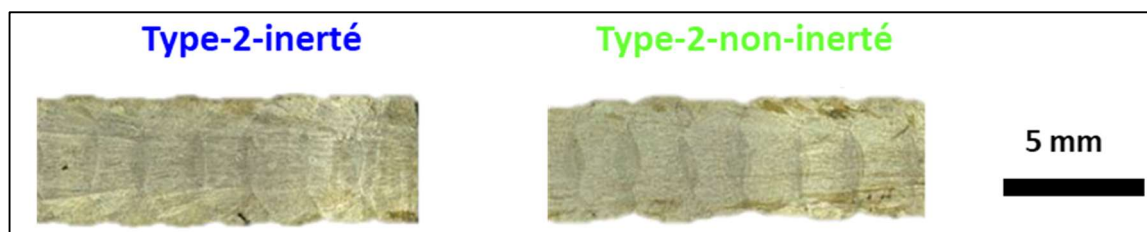


Figure 64 : vues en coupe transversale de murs Type-P2 construits avec et sans inertage

## 5.2 Murs en TA6V

Les murs présentés dans cette section ont été réalisés sur des tôles bridées de 1,5 mm d'épaisseur seulement, avec une stratégie de construction en allers simples. Rappelons que pour produire les bruts finaux, c'est une stratégie de construction aller-retour qui est employée.

La *Figure 65* montre des photographies des murs construits avec les trois synergies testées, ainsi que leurs coupes transversales, réalisées par le LGP [92]. On peut voir l'effet de la stratégie de construction en aller-simple, qui produit un effondrement en fin de cordon, défaut qui est corrigé avec la stratégie aller-retour (*Figure 61-b*).



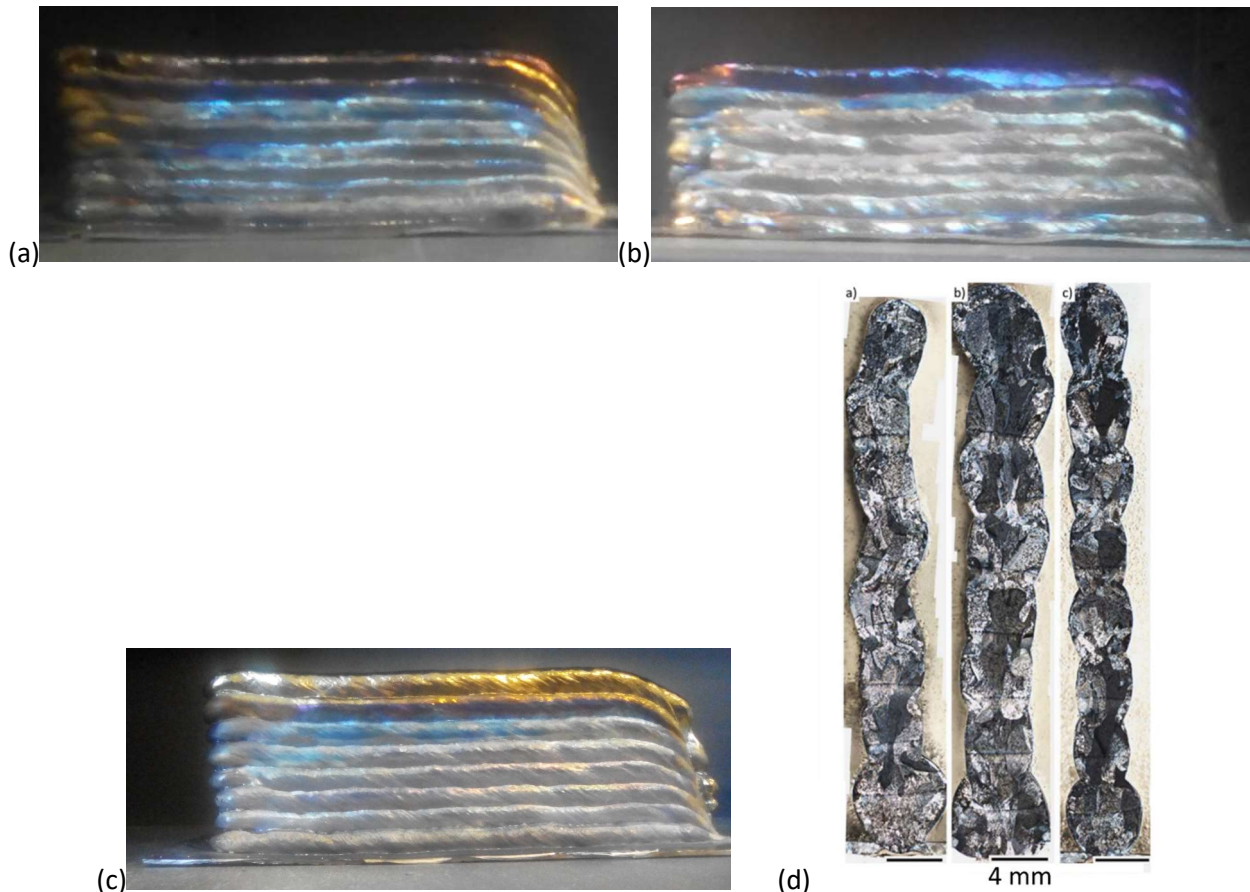


Figure 65 : photos des murs en TA6V : (a) Type-P1, (b) Type-P2 et (c) Type-P3 / (d) coupes transversales au milieu de ces murs présentés dans l'ordre -P1 à -P3

Il est rappelé que les durées inter-passes sont identiques pour les 3 Types. Le Type-P3 présente l'aspect le plus régulier, visible sur la face photographiée du mur ou sur sa coupe transversale, qui montrent un mur relativement plan, alors que les deux autres murs présentent de grandes ondulations.

L'énergie linéique du Type-P2 est légèrement supérieure à celle du Type-P3, et conduit à un meilleur mouillage des cordons, mais leur largeur sans doute excessive semble produire localement des affaissements des cordons, d'un côté ou l'autre du mur. Ces affaissements sont également observés sur le mur de Type-P1, pourtant fabriqué à plus faible énergie linéique. On peut supposer qu'elles sont dues à un arc erratique et déviant. La synergie utilisée pour le Type-P3, spécialement développée pour le titane, semble donc permettre d'établir à chaque cycle *CMT* une fusion puis un transfert de métal liquide stable et répétable, contrairement aux deux autres synergies testées.

## 6 Conclusion du chapitre

Ce chapitre a détaillé le dispositif de fabrication *WAAM* utilisé, ainsi que les matériaux d'apports et les gaz choisis afin de fabriquer des murs en *316L* ou *TA6V*.

Pour les deux matériaux, différents Types de murs ont été produits selon différents jeux de paramètres, réfléchis afin d'obtenir des microstructures différenciées. L'impact de la stratégie de fabrication en aller-retours, et des paramètres de fabrication a été analysé par le biais de grandeurs physiques ou géométriques, captées par une instrumentation *in-situ* du procédé. Afin de choisir les Types de murs qui seront produits pour en extraire des éprouvettes de caractérisation, la morphologie des murs, qui constitue le premier critère de choix à l'usinabilité, a été étudiée.

Le second critère de choix des murs est leurs microstructures, qui seront caractérisées dans le prochain chapitre, à l'aide des outils de caractérisation présentés. Ce chapitre analysera également les grandeurs physiques mesurées *in-situ* pendant la fabrication afin d'apporter des éléments de compréhension quant aux microstructures obtenues.





## **CHAPITRE III. CARACTERISATION METALLURGIQUE ET SOLIDIFICATION**

*Ce chapitre présente en premier lieu les caractérisations métallurgiques effectuées sur les murs dont la fabrication est détaillée au chapitre II. Sauf indication, elles sont réalisées dans la zone centrale de chaque mur, considérée comme produite en régime thermique quasi-stationnaire. La seconde partie de ce chapitre a pour objectif d'apporter des éléments d'explication quant à la formation des microstructures lors de la solidification et à leur modification lors du maintien en température en phase solide. La finalité est de faire le lien entre les structures métallurgiques observées et les paramètres de fabrication et de traitements thermiques. Les mesures réalisées avec l'instrumentation in-situ lors de l'étape de fabrication, ainsi que des résultats de simulations thermiques réalisées par le CEMEF sont utilisés pour l'analyse.*

# 1 Caractérisation métallurgique

*Ce paragraphe a pour objectif d'étudier les caractéristiques métallurgiques des matériaux produits. La macrostructure et les microstructures selon les zones des cordons sont étudiées. Les particularités telles que la texture cristallographique, les morphologies, la nature et les proportions de phases formées, les changements induits par les traitements thermiques ou encore la présence de défauts sont présentés.*

## 1.1 316L

Les caractérisations de ce matériau ont été réalisées en intégralité par l'ICA [218][219][220][221]. La plupart des clichés présentés sont issus de coupes transversales effectuées dans l'épaisseur des murs.

### 1.1.1 Macrostructure

Les murs Type-P1, -P2, -P3 et -P4 sont majoritairement constitués de grains colonnaires, orientés verticalement dans la direction de superposition des couches.

Le Type-P5 est constitué de grains peu allongés, avec un aspect général plus équiaxe.

La Figure 66 présente les macrostructures du Type-P1, dans une fabrication sans inertage, et du Type-P2 avec inertage. Sur les photos du milieu, l'attaque révèle la macrostructure principale, formée de grains colonnaires au centre et sur la majeure partie de l'épaisseur. Les grains peuvent atteindre plus d'une dizaine de millimètres de long, et ainsi traverser plusieurs couches. Les zones proches de la surface sont constituées de grains d'aspect plus équiaxe, particulièrement pour les Type-P2 et -P4.

Sur le Type-P1, l'attaque chimique semble révéler deux familles de grains réparties de part et d'autre de l'axe vertical central.

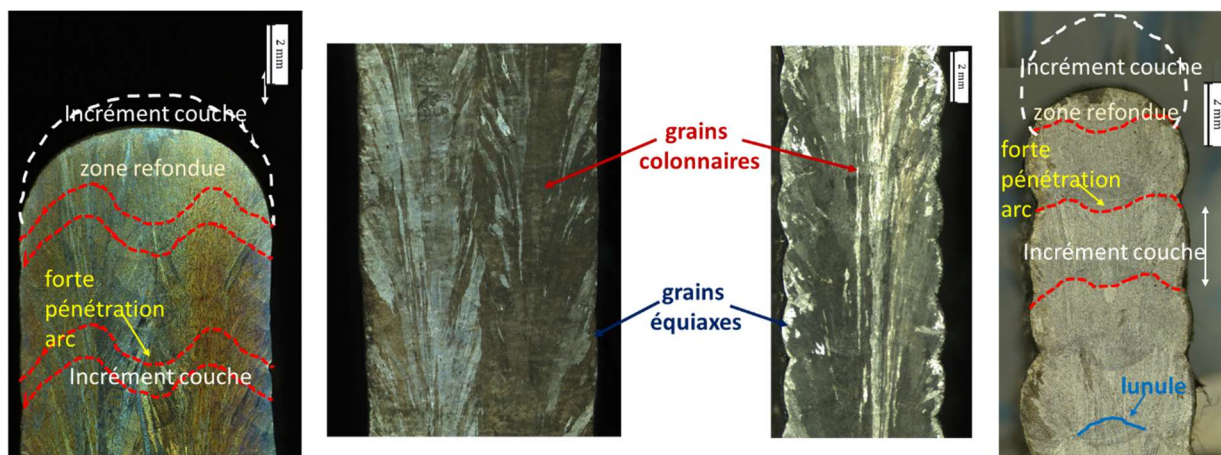


Figure 66 : macrographies de coupes transversales des murs : Type-P1-non inerté à gauche et Type-P2-inerté à droite – les attaques chimiques sont différentes entre les photos du milieu et celles à l'extérieur

Les traits pointillés rouges mettent en évidence les limites de zones fondues, ou lignes de fusion, estimées pour quelques couches. Cette démarcation n'est pas triviale, et la justification de la détermination de la localisation de la zone de liaison est développée au §III.2.1. Les lignes de fusion dessinent une forme en « M ».

Les incréments de hauteur de dépôt à chaque couche sont mesurés à 1,4 mm pour le Type-P1 et 2,2 mm pour le Type-P2. Ces valeurs sont proches des valeurs de  $R_{sm}$ , déterminées dans le chapitre précédent par le biais des clichés *in-situ* de bains fondus, reportées au Tableau 8, ou bien celles mesurées par le biais de profils issus du scan-3D, reportées au Tableau 9.

La hauteur des zones refondues apparaît quant à elle surestimée par le biais des clichés *in-situ* de bain fondu. Les mesures sur coupes macrographiques sont plus fiables, elles sont reportées dans le Tableau 10 : environ deux couches sont refondues à chaque nouvelle passe pour le Type-P1, et moins d'une couche seulement pour le Type-P2.

Dimensions	Type-P1	Type-P2
incrément par couche déposée (mm)	1,4 ± 0,3	2,2 ± 0,2
profondeur de zone refondue (mm)	3,1	1,2

Tableau 10 : hauteurs des incréments de dépôt par couche et des zones refondues, mesurées sur coupes transversales

En observant après attaque chimique les faces latérales des murs, les macrographies des surfaces révèlent les passages en aller-retours de la torche. La *Figure 67* montre ainsi l'inclinaison des grains dans le sens d'avance de la torche, et également la hauteur  $R_{sm}$  des passes. L'inclinaison est plus forte sur le Type-P2, où l'angle par rapport à l'horizontale (mesuré avec le logiciel *ImageJ* sur une vingtaine de grains) est de  $55^\circ \pm 6^\circ$ .

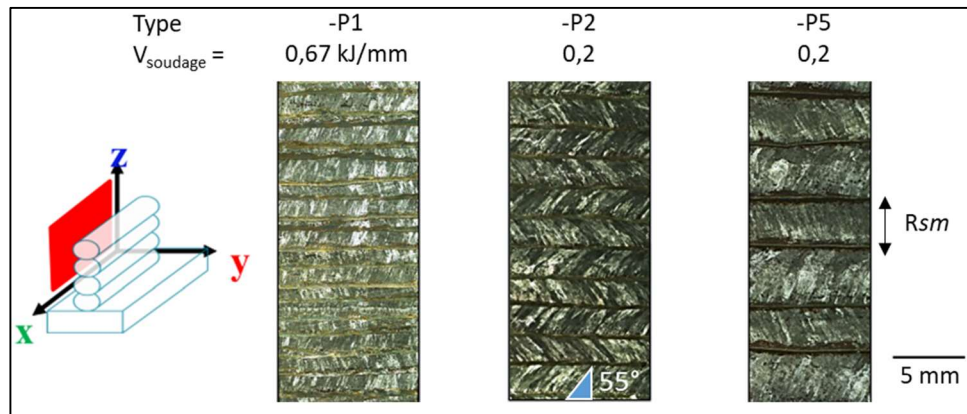


Figure 67 : macrographies de surfaces latérales (plans X-Z) des murs

Des cartographies *EBS*D des coupes transversales sont réalisées afin d'étudier la texture, elles sont reportées en *Figure 68*. La direction DE correspond à la direction de construction, verticale, et la direction DT est la direction transversale, c'est à dire normale à la surface des murs.

Les grains colonnaires sont visibles sur les cartographies de figures de pôle inverses (*IPF*). Une légère inclinaison, déjà observée sur les macrographies, est indiquée par les flèches, en particulier pour le Type-P1, présentant un axe de symétrie vertical au centre du mur.

La texture de ces grains colonnaires est forte. Pour les Type-P1 et -P2 analysés, hormis pour les grains formés en extrême surface des murs, les directions cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  de la structure cubique des grains sont majoritairement orientées dans la direction verticale. Les cartographies *IPF* selon la direction transversale DT ou bien encore les figures de pôles mettent en évidence la rotation des orientations de la structure cubique des différents grains autour de la direction d'empilement DE. Cette rotation apparait aléatoire pour le Type-P2, les figures de pôle  $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 111 \rangle$  présentant des densités équivalentes autour de l'axe DE. Elle l'est beaucoup moins pour le Type-P1, dont la texture au centre du mur est également forte sur les cartographies *IPF* selon la direction DT, les directions cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  des grains étant aussi majoritairement orientées dans la direction transverse, ce que confirment les figures de pôle. Il est également observé que les deux phases, ferrite et austénite, présentent la même texture.

Sur les bords des murs, la texture est moins marquée au sein des grains de morphologies équiaxes.

Pour le Type-P2, les analyses *EBS*D des murs fabriqués avec ou sans inertage n'ont pas révélé de différence majeure.

De même, les comparaisons de la texture des murs Type-P2 bruts de fabrication ou ayant subi un traitement thermique de 1h30 à 550°C ou de 1h30 à 1150°C suivi d'une trempe à l'eau n'ont pas révélé de différence majeure. La texture est donc sensiblement la même avec ou sans inertage, et est conservée après traitement thermique.

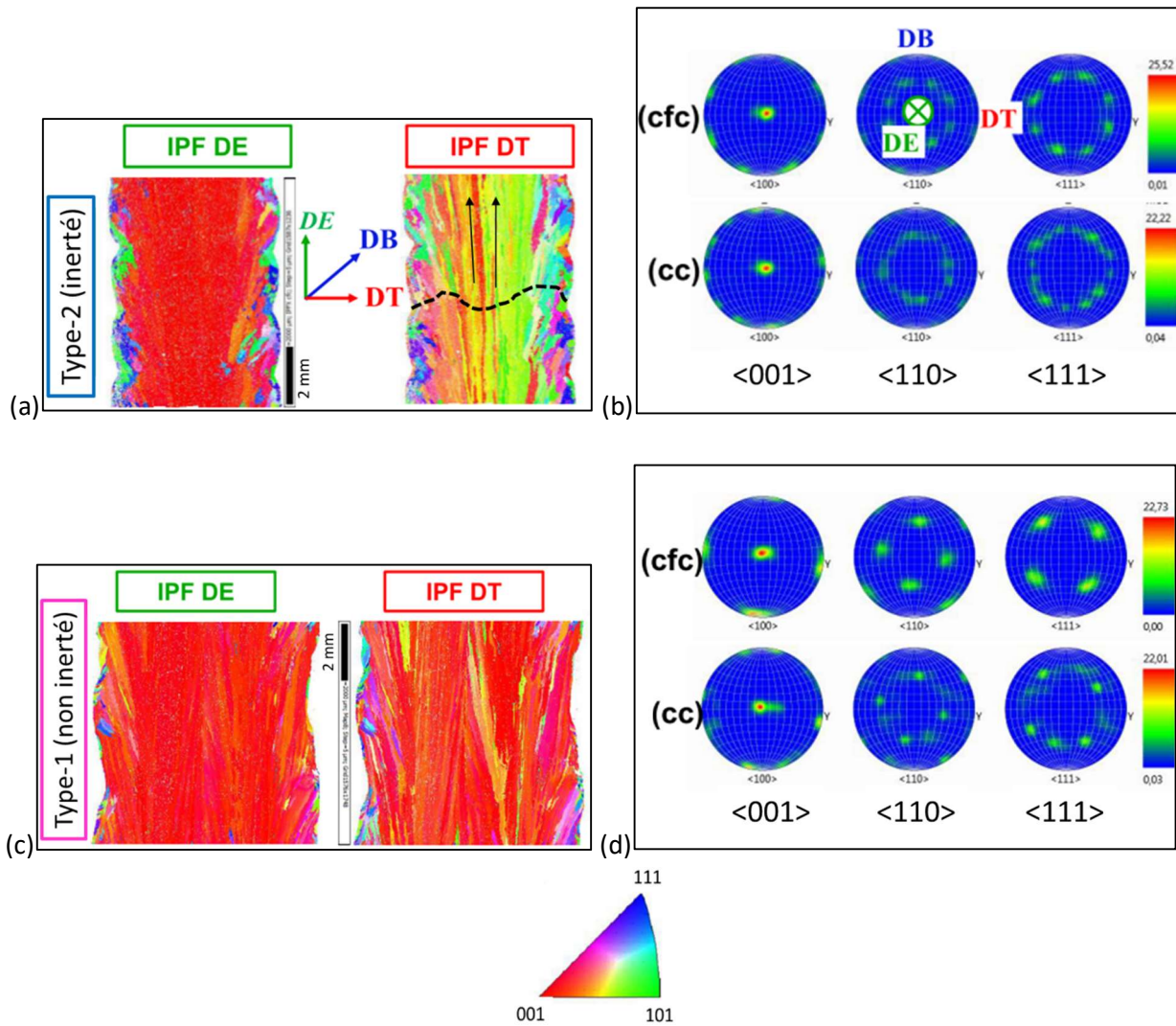


Figure 68 : résultats des analyses EBSD : cartes IPF tracées à partir de 700 cartographies EBSD de  $5 \mu\text{m}^2$  avec DE la direction d'empilement, DB celle de balayage et DT la tangentielle et figures de pôles pour les (a)(b) Type-P2-inerté et (c)(d) Type-P1-non inerté

### 1.1.2 Microstructure

La Figure 69 présente des micrographies d'une coupe transversale d'un mur Type-P2-inerté, capturées en contraste inter-différentiel avec un microscope optique Zeiss Axiom. La dernière couche déposée est visible, elle est nommée couche N, la couche sous-jacente N-1, et ainsi de suite. Plusieurs zones distinctes présentant des caractéristiques microstructurales différentes peuvent être observées, repérées par les lettres A à G, indicées du numéro de la couche. Ces différentes zones sont aussi visibles sur la Figure 76, qui montre la photo d'une coupe transversale effectuée avec un microscope optique numérique Keyence, ainsi qu'en annexe 2.

La répétition de ces différentes zones est périodique à l'intérieure de chaque nouvelle zone fondue, délimitée par les lignes de fusion, surlignées en rouge. Les caractéristiques microstructurales au sein des différentes zones sont reproductibles au fil des cordons, avec globalement une symétrie par rapport à l'axe vertical central.

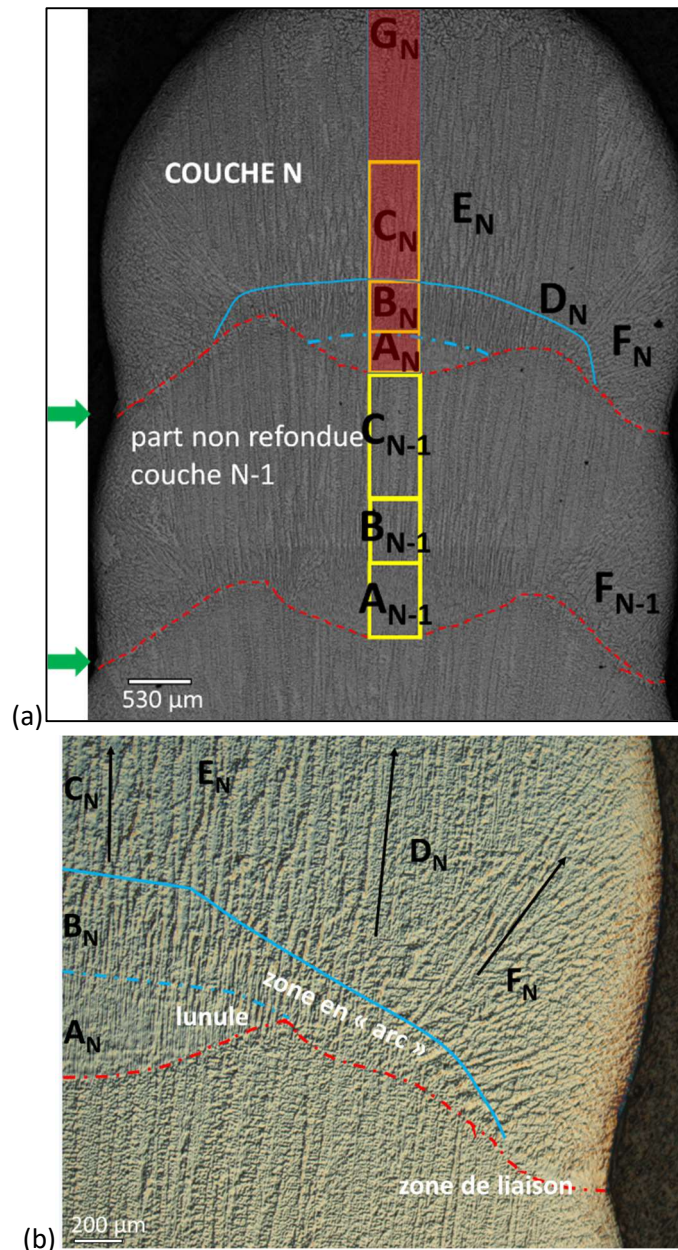


Figure 69 : micrographies sur coupe transversale du Type-P2-non inerté montrant : (a) les différentes zones / (b) un agrandissement

Au centre des cordons, sur une largeur de 3 mm environ, la microstructure révèle la trace de dendrites colonnaires orientées verticalement, qui se sont formées lors de la solidification puis ont évolué par transformation en phase solide. Il a été observé sous microscope électronique à balayage, grâce à des analyses EDS, que le cœur de ces dendrites colonnaires, de morphologie vermiculaire, était composé d'une phase plus riche en chrome et molybdène supposée être de la ferrite delta (Figure 70). Le reste, plus riche en nickel, est constitué d'austénite primaire formée en fin de solidification, et d'austénite secondaire issue de la transformation à l'état solide de la ferrite delta au cours de son refroidissement.

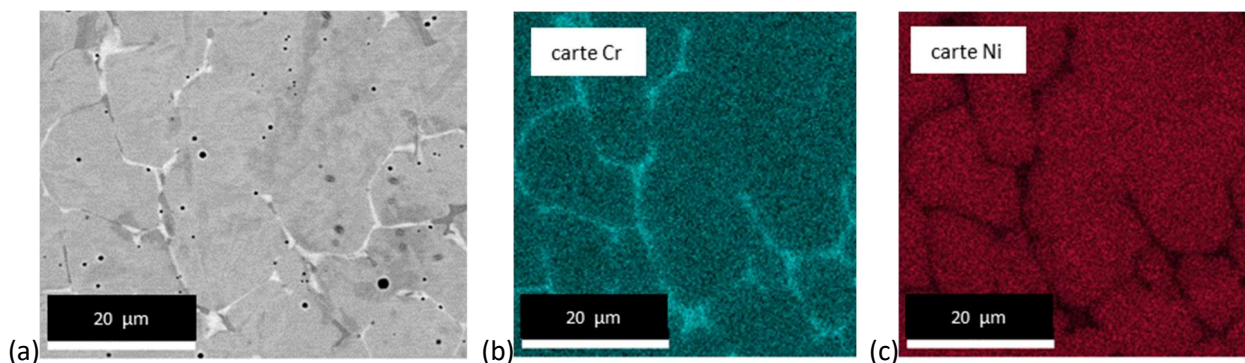


Figure 70 : (a) micrographie MEB et (b)(c) analyse EDS du mur Type-P2 révélant le réseau de ferrite delta au sein de la matrice austénitique



Les dendrites colonnaires, dont la largeur peut atteindre 200  $\mu\text{m}$  pour le Type-P2, sont présentes en zones  $C_N$  et  $E_N$ . Des variabilités de morphologies et de tailles de ces dendrites sont toutefois observées. La zone  $A_N$  est particulière, elle est nommée « lunule » du fait de sa forme, et a déjà été identifiée sur les macrographies en *Figure 66*. Sa microstructure, mieux visible en *Figure 71*, est fine, proche du type cellulaire sur certains clichés.

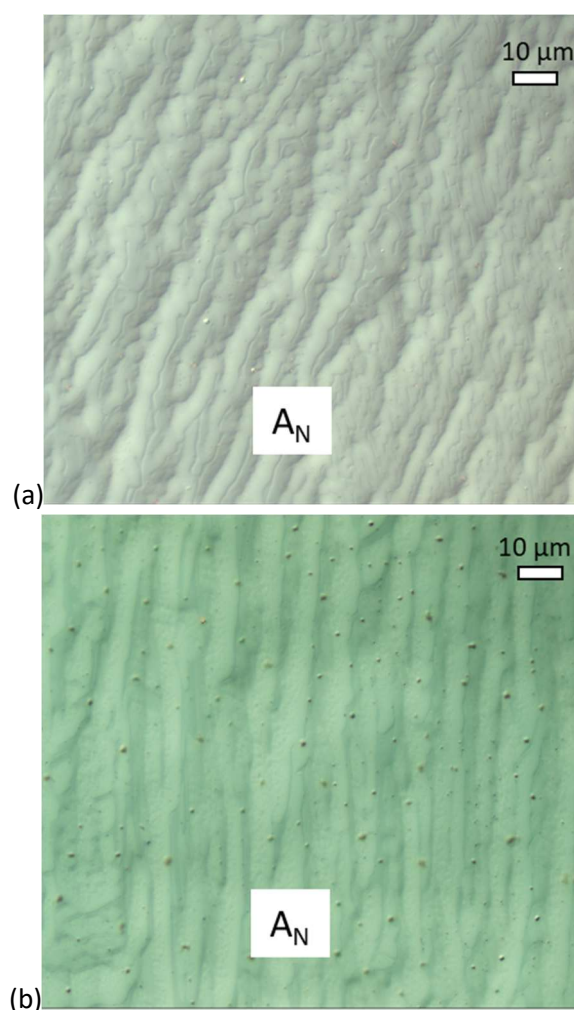


Figure 71 : : micrographies optiques sur coupes transversales de la zone de lunule  $A_N$  : (a) Type-P1 / (b) Type-P2

La zone  $B_N$  située juste au-dessus de la lunule  $A_N$  est une zone de transition avec la zone  $C_N$ . Tout comme au sein de cette dernière, la microstructure y est dendritique colonnaire, mais les dendrites sont plus petites, moins larges et des plages appauvries en ferrite sont présentes. Cette zone fait partie d'une « zone en arc », identifiée en *Figure 69*.

En s'éloignant de l'axe de symétrie vertical, la ligne de fusion paraît moins franche. La « zone en arc » se prolonge au-dessus de cette ligne, entre  $D_N$  et  $B_N$ . Puis en remontant, les dendrites s'élargissent au cœur du cordon. Elles s'inclinent légèrement vers les bords en zone  $D_N$ .

Tout à l'extérieur, en zone  $F_N$ , des dendrites colonnaires relativement plus fines qu'en cœur de cordons s'inclinent fortement vers les bords. Elles sont peu élancées, et leurs bras primaires ne sont pas parallèles, ce qui laisse supposer qu'elles n'appartiennent pas aux mêmes grains, et qu'elles pourraient s'être formées par germination. En surface extérieure de cette zone  $F_N$  et en haut du dépôt en zone haute  $G_N$ , des dendrites équiaxes sont présentes en peau des couches.

La *Figure 72* délimite les différentes zones observées pour le Type-P1. Les caractéristiques microstructurales des différentes zones sont comparables à celles du Type-P2, mais quelques points diffèrent.

Tout d'abord, la zone  $C_N$  est petite, voire inexistante sur certaines couches, du fait d'une grande refusion de cette zone. Ensuite, le profil de la ligne de fusion est moins reproductible et/ou symétrique d'une

couche à l'autre : une variabilité dans le positionnement de la lunule est notamment observée. Cette variabilité se traduit par des écart-types calculés lors des mesures des hauteurs des zones  $A_N$  et  $B_N+C_N$  supérieurs pour le Type-P1, comme reporté dans le *Tableau 11*.

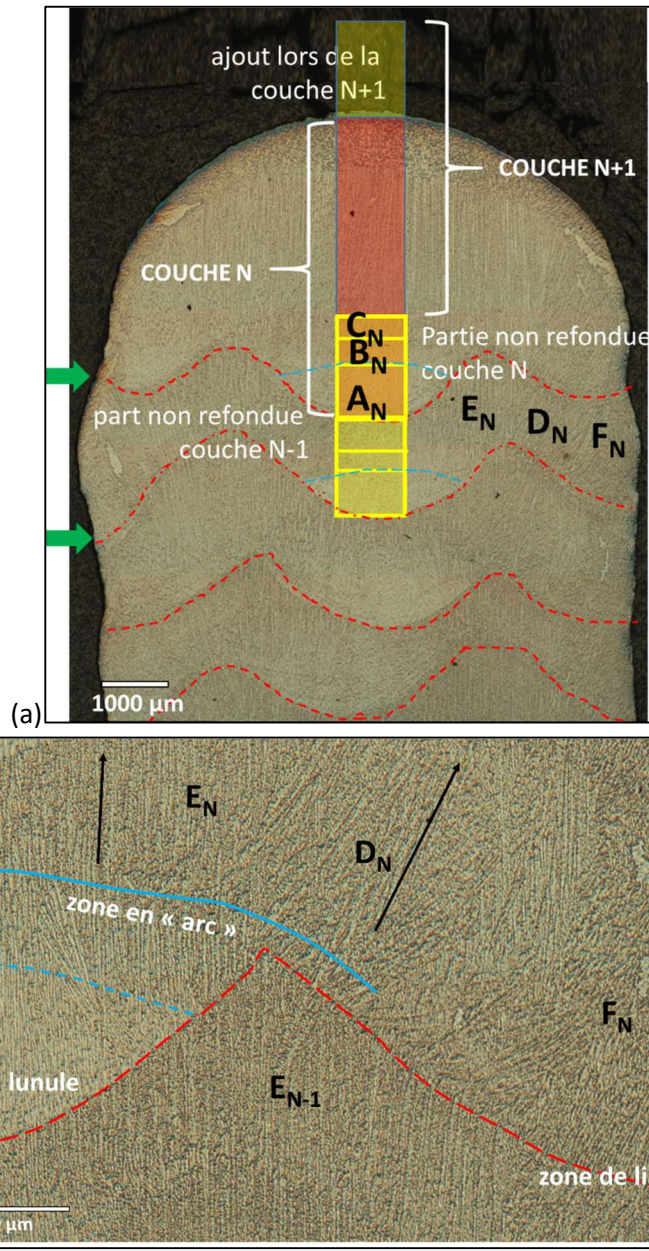


Figure 72 : micrographies d'une coupe transversale du Type-P1-non inerté montrant : (a) les différentes zones / (b) un agrandissement (b)

L'observation du dernier cordon et la moyenne des hauteurs non refondues ont permis de calculer la hauteur ajoutée à chaque passe. Ces hauteurs ont été reportées au *Tableau 10*.

Les hauteurs de la lunule – zone  $A_N$  – et du reste de la zone non refondue –  $B_N+C_N$  – sont également mesurées sur les micrographies avec le logiciel *ImageJ*, et reportés dans le *Tableau 11*.

Hauteur non refondue	Type-P1	Type-P2
segment $A_N$ - lunule	$1020 \pm 55 \mu\text{m}$	$570 \pm 25 \mu\text{m}$
segment $B_N+C_N$	$490 \pm 57 \mu\text{m}$	$1630 \pm 32 \mu\text{m}$

Tableau 11 : hauteurs des zones identifiées sur les Figure 69 et Figure 72

Des mesures ponctuelles effectuées sur les micrographies confirment l'élargissement des dendrites dans la hauteur du cordon. La largeur moyenne des dendrites est mesurée à  $83 \mu\text{m}$  en zone  $C_N$ , au-dessus de la « zone en arc », alors qu'elle n'est que de  $55 \mu\text{m}$  en zone  $B_N$ , juste au-dessus de la lunule, pour le Type-P2. A titre de comparaison, la largeur moyenne des dendrites en zone  $B_N$  pour le Type-P1 est mesurée à  $48 \mu\text{m}$ .

La Figure 73 présente une mesure de la largeur des grains colonnaires à partir d'une cartographie EBSD. Cette dimension est accessible du fait de la séparation des grains selon leurs orientations. Les grains du Type-P2 sont ainsi un peu moins larges, avec une moyenne de 128  $\mu\text{m}$  pour la zone centrale des cordons, contre une largeur moyenne de 147 microns pour les grains du Type-P1.

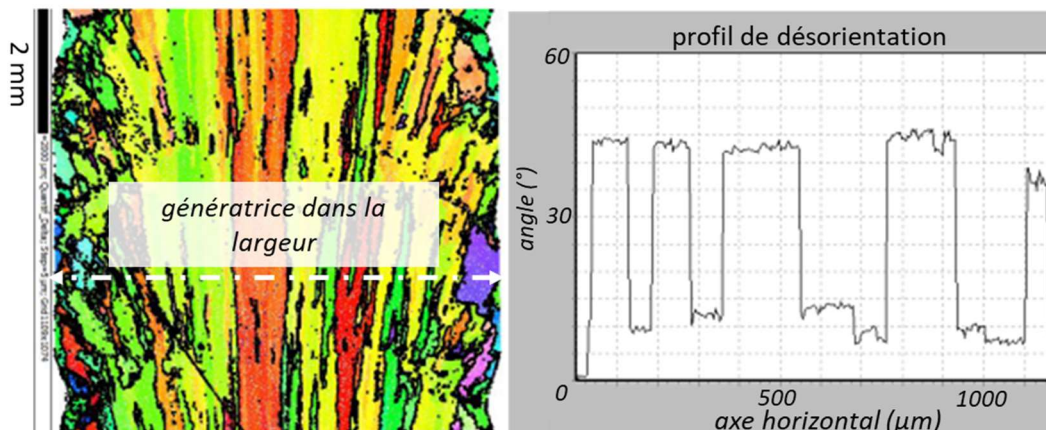


Figure 73 : mesure de la désorientation entre grains sur carte EBSD le long d'une génératrice parcourant la largeur d'un mur

Les microstructures des murs Type-P1 à -P4 ont des morphologies proches de celles du Type-P2, avec des dendrites colonnaires de différentes tailles et d'orientations globalement verticales au centre, mais pouvant s'incliner sur les bords vers la surface extérieure, comme révélé sur la Figure 69 avec un brusque changement d'orientation des bras primaires des dendrites en zone  $D_N$  indiqué par une flèche.

Le mur de Type-P5, le seul réalisé avec la synergie à polarité variable, présente une microstructure atypique, visible en Figure 74. Les dendrites sont orientées dans des directions différentes selon le positionnement dans le cordon, donnant un aspect moins directionnel. Le réseau ferritique semble composé d'une ferrite vermiculaire plus grossière, prenant localement des aspects globulaires. Des zones sont toutefois plus clairsemées en ferrite, que ce soit sous la ligne de fusion ou parfois en centre du cordon (zone indiquée par la flèche bleue). D'autre part, les caractéristiques morphologiques particulières observées sur les autres murs dans les zones de lunule ou « en arc » ne sont ici plus visibles.

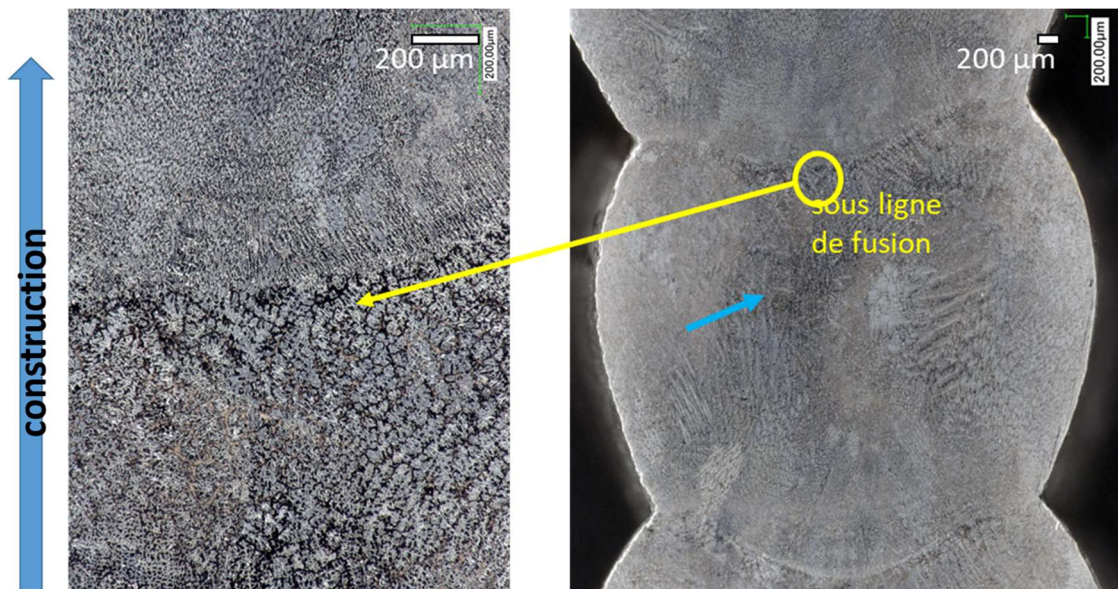


Figure 74 : micrographies optiques d'une coupe transversale d'un mur Type-P5-non inerté

Enfin, des mesures de duretés réalisées sur Type-P1 et -P2 n'ont pas révélé de différences notables entre les matériaux et entre les différentes zones des murs (Tableau 12). Un traitement de relaxation effectué à 550°C ne change pas ou peu la dureté. En revanche, un traitement de mise en solution à 1150°C provoque une diminution de la dureté de 20 à 30  $Hv_{0.2}$ .

micro-dureté HV <sub>0,2</sub>	Type-P1 (non inerté)		Type-P2 (inerté)		Type-P2 (non inerté)	
	Haut	Milieu	Haut	Milieu	Haut	Milieu
<b>Brut</b>	175 ± 6	181 ± 6	187 ± 4	190 ± 5	186 ± 6	189 ± 5
<b>550 °C</b>	183 ± 5	188 ± 4	188 ± 4	188 ± 4	190 ± 5	196 ± 8
<b>1100 °C</b>	152 ± 8	164 ± 6	156 ± 4	162 ± 5	166 ± 3	174 ± 2

Tableau 12 : mesures de micro-dureté Vickers (200g) sur les murs Type-P1 et P2

### 1.1.3 Mesure du taux de ferrite

Des mesures de la proportion de ferrite dans les différentes zones ont été réalisées à partir d'analyses EBSD sur les Type-P1 et -P2. Pour cela, des cartographies EBSD ont été réalisées à haute résolution en repérant les zones analysées, dans lesquelles les phases  $\gamma$  et  $\delta$  ont été différenciées par leurs groupes d'espaces. Les profils montrant l'évolution de la proportion de phase  $\delta$  calculée selon la position verticale dans les murs de Type-P1 et -P2 sont représentés sur les Figure 75 et Figure 77. Chaque point représente la teneur moyenne sur une surface couvrant la largeur du mur et une hauteur de 230  $\mu\text{m}$ . Les profils ont aussi été tracés le long de deux bandes verticales de largeur 200  $\mu\text{m}$ , repérées par des rectangles sur ces cartes, situées l'une au centre du mur, et l'autre près de la surface, proche de la zone composée de grains de morphologie plus équiaxe.

La Figure 75 présente les résultats du Type-P2. Les profils témoignent d'une périodicité de la variation du taux de ferrite selon un pas correspondant à la hauteur moyenne des cordons.

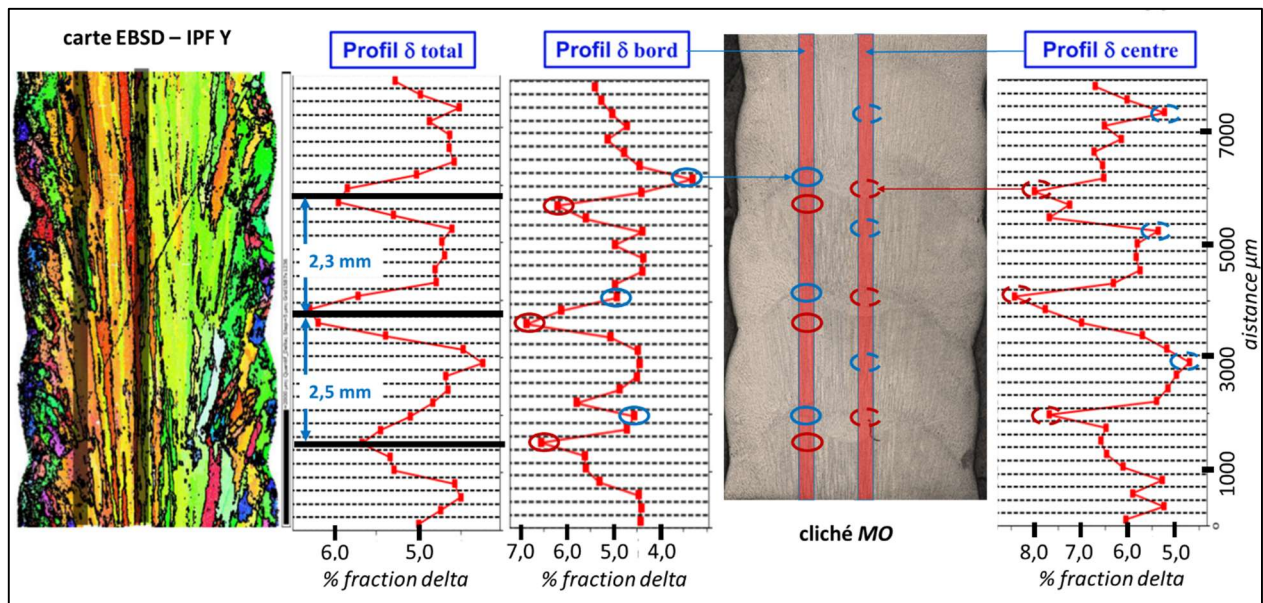


Figure 75 : profils de teneur en ferrite mesurés sur une carte EBSD pour le Type-P2-inerté

Des variations significatives apparaissent au sein du cordon, ce qui est schématiquement résumé sur le cliché de la Figure 76. Dans la bande centrale, la zone de lunule  $A_N$  est celle présentant le plus haut taux de ferrite. Puis des variations sont présentes, avec un minimum au-dessus de la lunule au sein de la zone  $B_N$ , puis un taux remontant en zone  $C_N$ , zone où les dendrites sont les plus larges. La bande dé-centrée révèle également des variations du taux de ferrite avec le taux le plus bas capté dans la partie haute de la « zone en arc », et le plus haut autour de la ligne de fusion.

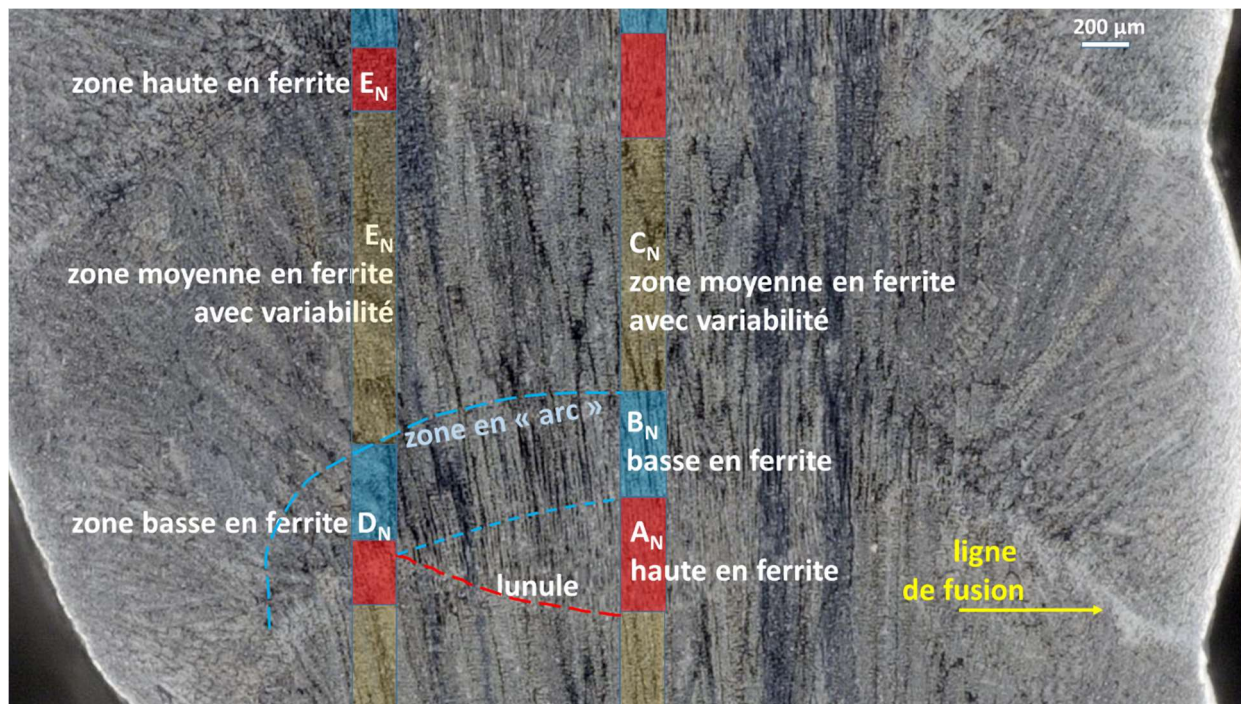


Figure 76 : micrographie optique obtenue par le biais du microscope Keyence montrant les différentes sous-zones et les niveaux de taux de ferrite

La Figure 77 présente de même les profils de taux de ferrite, mais pour le Type-P1. La périodicité de la variation des taux de ferrite respecte globalement celle des cordons. La variation périodique de taux de ferrite est moins claire lorsque sont uniquement considérées les deux bandes de largeur 200 µm. Une des causes est notamment la moins bonne reproductibilité et symétrie des cordons pour ce Type, qui avait déjà été quantifiée par la mesure des écarts-type des hauteurs  $A_N$  et  $B_N+C_N$ , plus élevés (Tableau 11).

Le taux de ferrite est globalement plus élevé pour le Type-P1. De plus, des pics présentant des teneurs supérieures à 20% sont observés au sein des bandes, alors que les teneurs maximales ne dépassent pas 8,5% pour le Type-P2. Des taux de ferrite de 0% sont aussi mesurés dans la « zone en arc » située au-dessus de la lunule.

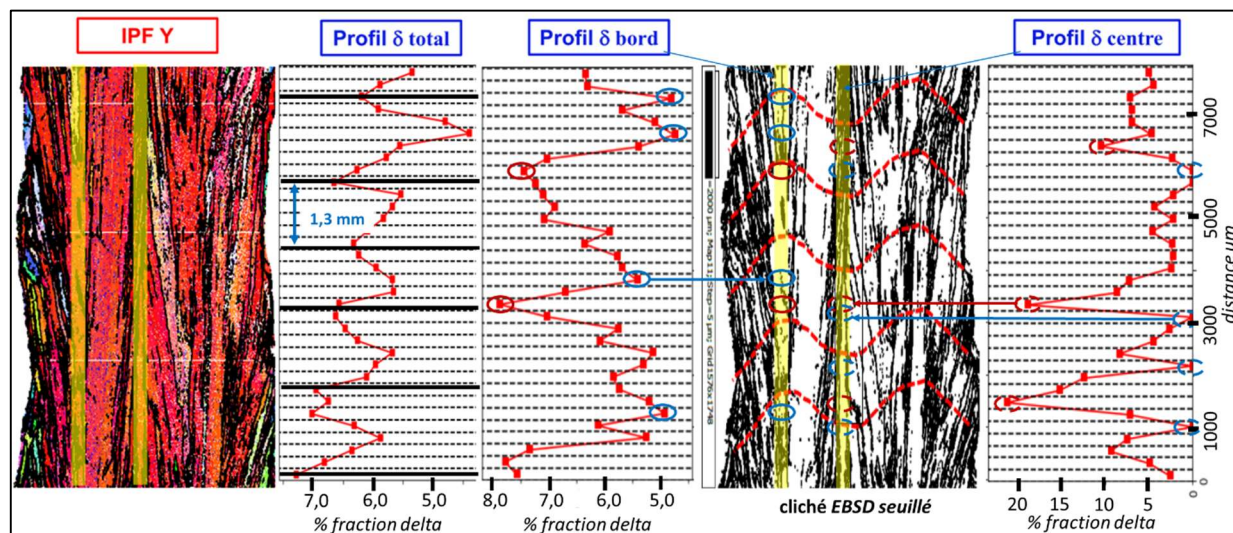


Figure 77 : profils de teneur en ferrite mesurés sur une carte EBSD pour le Type-P1-inerté

#### 1.1.4 Effet des traitements thermiques

Un traitement à 1150°C pendant 1h30 fait disparaître en grande partie le réseau de ferrite, phénomène visible en Figure 78. A titre d'exemple avec des quantifications de phase réalisées par EBSD, le taux passe de  $7,8 \pm 0,6\%$  à  $1,8 \pm 0,5\%$  sur Type-P2-non inerté. Le réseau de ferrite en zone de lunule disparaît presque intégralement après ce traitement. Dans la majeure partie du cordon, le réseau de ferrite vermiculaire

apparaît moins connecté au sein de la matrice austénitique, phénomène déjà observé dans la littérature [222].

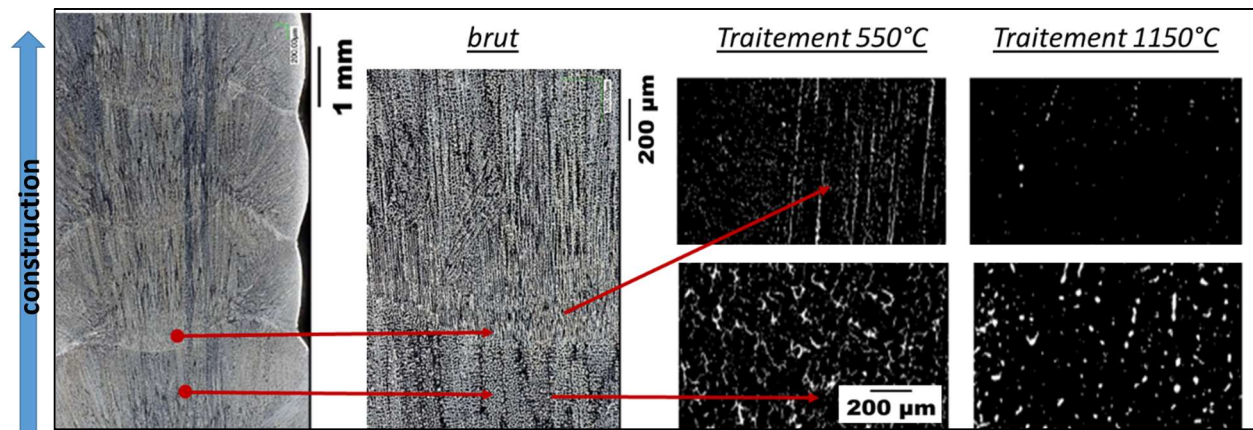


Figure 78 : micrographies optiques de coupes transversales de mur Type-P2-inerté avec ou sans traitement thermique d'une heure trente minutes. Les images de droite sont obtenues par traitement d'image avec seuillage afin de révéler la ferrite

### 1.1.5 Défauts

La phase sigma est présente en très faible quantité. Des mesures sont réalisées par la technique EBSD en calculant les fractions moyennes dans dix zones de 125x100 µm<sup>2</sup> choisies aléatoirement, sur Type-P1 et -P2. Les écarts présentés dans le Tableau 13 sont faibles, avec un maximum pour le Type-P1.

		Type-P1 non inerté		Type-P2 inerté		Type-P2 non inerté		
		brut	TTH-550°C	brut	TTH-550°C	brut	TTH-550°C	TTH-1150°C
phase-σ %	moyenne	0,05	0,07	0,02	0,01	non mesuré	0,02	0,06
	écart type	0,02	0,04	0,02	0,02		0,02	0,04

Tableau 13 : mesures de la proportion de phase sigma par EBSD

Les porosités ou les oxydes peuvent être révélés par les différences de contraste sur les micrographies obtenues en microscopie électronique à balayage. Les défauts de forme circulaire sont en majorité des porosités, mais certains d'entre eux, analysés par EDS, sont riches en oxygène et en silicium, indiquant la formation d'oxydes (Figure 79).

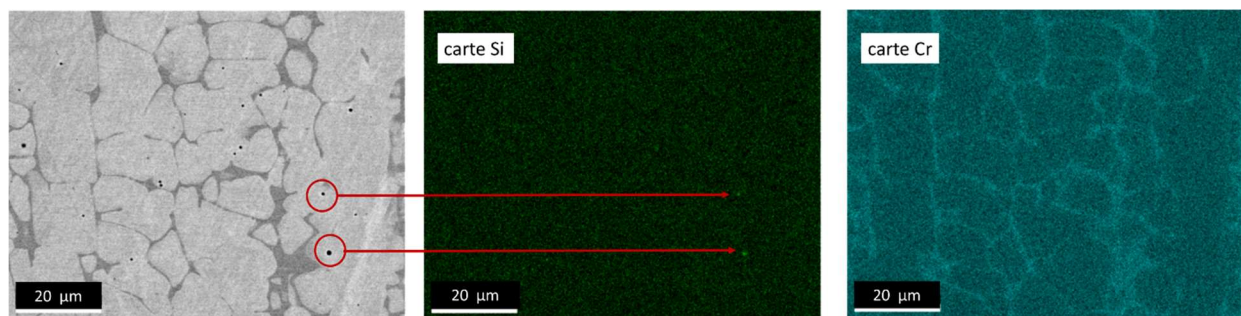


Figure 79 : clichés MEB avec défauts entourés et analyses EDS montrant la répartition des éléments Si et Cr

Les taux de défauts mesurés sur dix zones de 125x100 µm<sup>2</sup>, présentés dans le Tableau 14, sont plus faibles dans le mur du Type-P2 fabriqué avec inertage que dans le mur fabriqué sans inertage. La différence est cependant très faible. De même, le Type-P1 fabriqué sans inertage présente un taux tout juste supérieur, mais qui reste en dessous de 0,20 %, et avec des diamètres moyens observés de moins de 1 µm.

		Type-P1-non-inerté		Type-P2-non-inerté		Type-P2-non-inerté	
		milieu	haut	milieu	haut	milieu	haut
taux de défauts %	moyenne	0,122	0,18	0,137	0,136	0,091	0,112
	écart type	0,04	0,06	0,039	0,037	0,055	0,032
diamètre max. µm	moyenne	0,95	0,96	0,99	0,99	0,99	0,99

Tableau 14 : taux de porosités et diamètre moyens trouvés en haut et au milieu des murs

## 1.2 TA6V

Les caractérisations des éprouvettes en TA6V ont été réalisées en intégralité par le LGP [223][224][225][226].

### 1.2.1 Macrostructure

La macrostructure est observée sur des coupes transversales aux murs, dont les clichés sont reportés en *Figure 80-a*. Les murs Type-P1, -P2 et -P3 révèlent la formation de grains primaires  $\beta$  allongés dans la direction de construction. Ils le sont comparativement moins que ce qui a été observé dans la littérature [36][71][227].

La macrostructure du Type-P1 est plus fine, alors que les ex-grains  $\beta$  des Type-P2 et -P3 ont des longueurs de la taille des cordons, soit quelques millimètres dans la direction de construction. Peu de grains semblent traverser plusieurs couches sans interruption, contrairement à ce qui a été observé dans la bibliographie [71]. La largeur des grains est environ deux fois plus faible que leur longueur.

Il est difficile de dissocier l'interface entre cordons par le biais de la macrostructure.

Cependant, la *Figure 80-b*, qui correspond à une coupe longitudinale du mur préparée par polissage et attaque chimique, met en évidence la ligne de fusion par une évolution de la direction de l'axe principal des grains en zig-zag. Ce plan d'observation permet de confirmer le caractère colonnaire des grains, qui sont orientés vers le haut et légèrement inclinés dans la direction d'avance de la torche.

Des lignes, mises en évidence sur la *Figure 80-c* par des flèches rouges, révèlent une modification des caractéristiques morphologiques de la microstructure en milieu de cordons. C'est le phénomène de *banding* [71]. Il est observé pour les trois Types, jusqu'au sein de l'avant dernier cordon déposé.

La coupe horizontale (perpendiculaire à la direction de construction), visible *Figure 80-d*, révèle des sections de grains polyédriques.

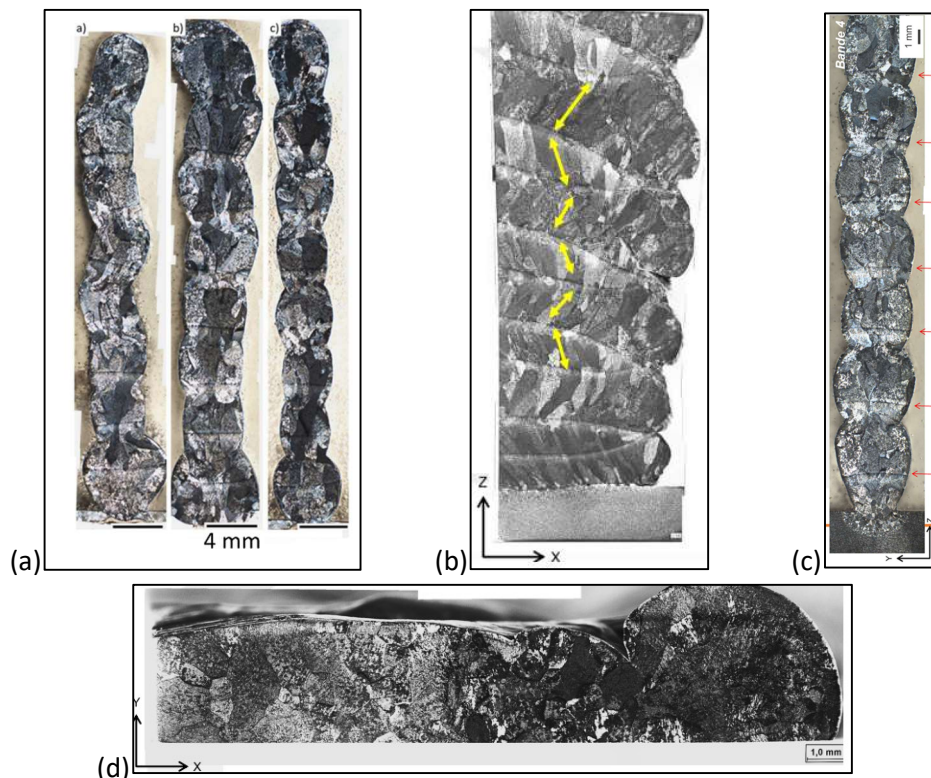


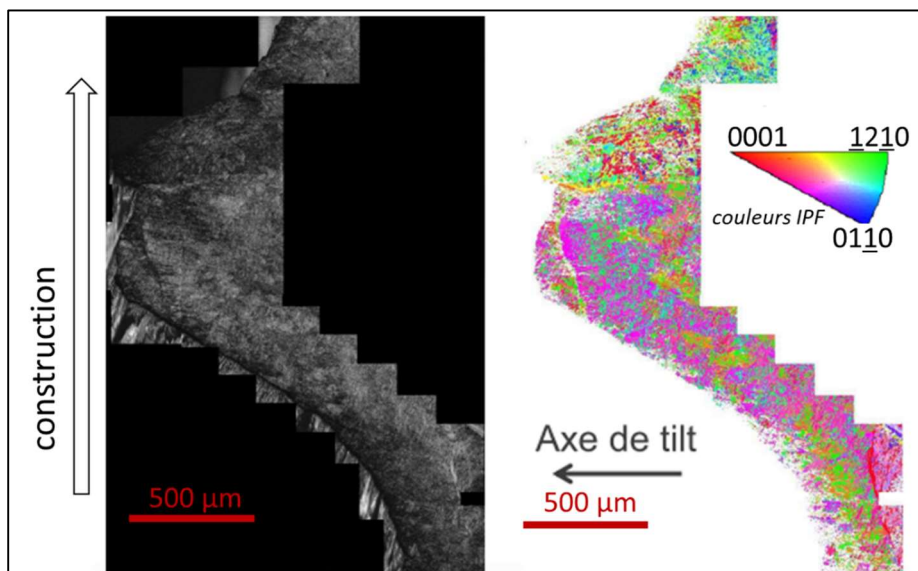
Figure 80 : macrographies des murs à l'état brut : (a) coupes transversales avec de gauche à droite les Type-P1, -P2 et -P3 / (b) coupe longitudinale du mur Type-P3 à une extrémité / (c) coupe transversale du Type-P3 avec mise en évidence du phénomène de banding / (d) coupe horizontale (perpendiculaire à l'axe de construction) du mur Type-P3

L'incrément de dépôt à chaque couche et la hauteur de zone refondue sont déterminés sur les coupes macrographiques. Ces dimensions sont indiquées dans le *Tableau 15* pour le Type-P3. La profondeur de la zone refondue est inférieure à la demi-hauteur d'un cordon.

Dimensions	Type-P3
incrément par couche déposée - mm	5,3 ± 0,2
profondeur de zone refondue – mm	1,8

*Tableau 15 : hauteurs des passes déposées mesurées sur coupes macrographiques*

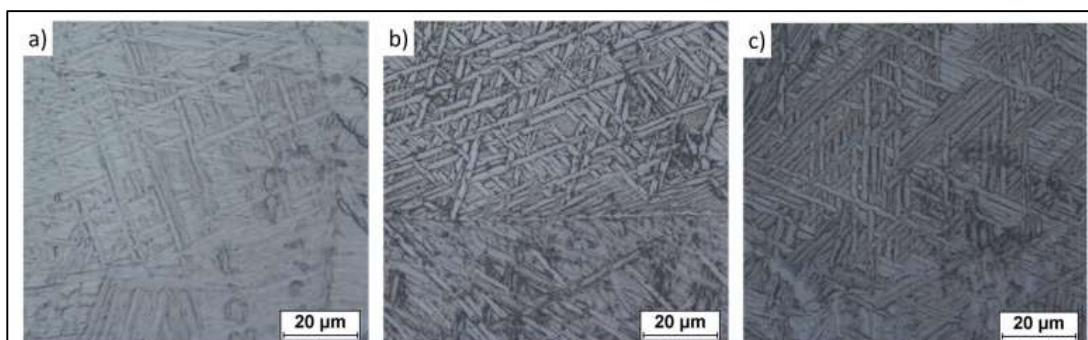
La texture a été évaluée sur un échantillon de matériau Type-P3 ayant subi un essai de traction après un traitement thermique de 2h à 590°C. Un exemple de mesures effectuées loin de la zone de rupture est reporté en *Figure 81*. En visualisant plusieurs clichés, la texture semble peu marquée, de nombreuses couleurs définies par le triangle IPF indiquant des orientations nombreuses des lamelles alpha. On notera cependant qu'il est difficile d'évaluer macroscopiquement la texture, et la possible prédominance de certaines orientations de lamelles alpha, c'est-à-dire la sélection de variants à la transformation à l'échelle de l'éprouvette. Localement, on peut cependant constater que certaines orientations cristallographiques de lamelles sont majoritaires, appartenant à une même colonie ou même zone de structure en *panier-tressé*.



*Figure 81 : cartographie IPF après test de traction sur matériau TA6V Type-P3*

### 1.2.2 Microstructure

La *Figure 82* montre les microstructures observées en microscopie optique au cœur des ex-grains  $\beta$  pour les trois Types de murs. Elles sont similaires avec des structures formées de lamelles de phase alpha en *panier-tressé* et des tailles de lamelles équivalentes pour les trois Types. Ces dernières font quelques microns de largeur, ce qui correspond aux valeurs les plus basses rencontrées dans la littérature. La dureté, qui d'après la littérature dépend de la finesse de la structure, est proche pour les trois Types, de l'ordre de  $330 \text{ Hv}_{10} \pm 10$ .



*Figure 82 : micrographies optiques révélant la microstructure des murs Type-P1 à -P3 de gauche à droite. Le cliché du Type-P2, au centre, présente un ex-joint de grain  $\beta$*



Les micrographies présentées en *Figure 83*, réalisées sur Type-P3, montrent les différentes morphologies de phase alpha rencontrées en dehors des zones de *banding*. Les ex-joints de grain  $\beta$  sont marqués par un liseré continu de phase alpha, désigné  $\alpha_{GB}$ , tandis que de part et d'autre de ces ex-joints de grain sont parfois observées des colonies de lamelles parallèles, désignées  $\alpha_{WGB}$ . Dans le reste du grain, une structure de type *Widmanstätten*, désignée  $\alpha_{WI}$ , est observée, dont les structures en *panier-tressé* déjà citées sont une variété.

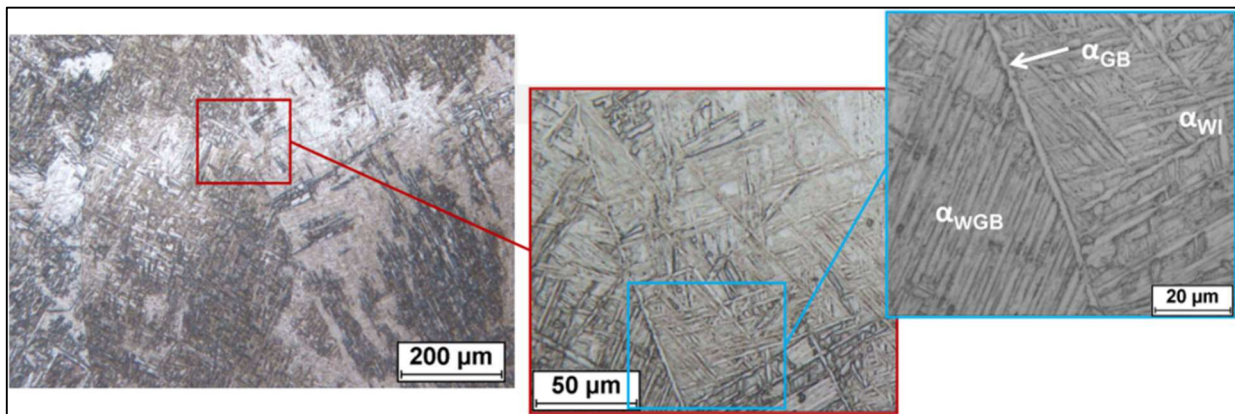


Figure 83 : microstructures du mur Type-P3 hors zone de *banding* (images MO)

La zone de *banding* est présentée *Figure 84*. Son centre est constitué d'une zone de colonies grossières, parfois mal définies, parfois clairsemées en lattes. Des structures en *panier-tressé* plus ou moins fines sont observées autour de cette zone horizontale.

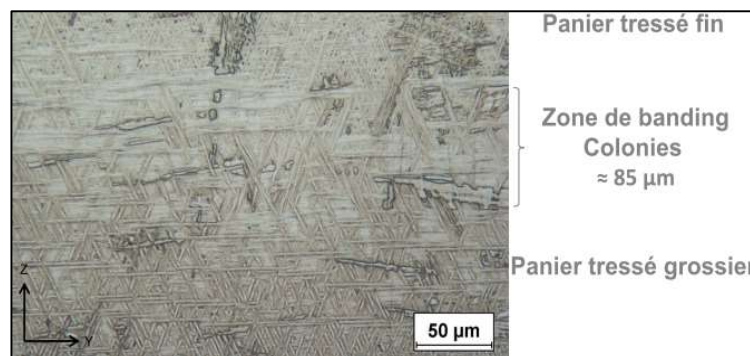


Figure 84 : micrographie optique de la zone de *banding* du mur Type-P3

### 1.2.3 Effets des traitements thermiques

Des traitements thermiques ont été réalisés sur des tranches de largeur d'environ 20 mm issues de murs de Type-P3, afin d'étudier l'évolution de la microstructure [225]. Une dizaine de traitements thermiques différents ont été effectués sous atmosphère d'argon pendant 2h à des températures comprises entre 590 et 1020°C, suivi d'un refroidissement à une vitesse contrôlée inférieure à 10°C/min.

La taille des ex-grains  $\beta$ , évaluée sur des cartographies rassemblant plusieurs dizaines de micrographies optiques dans la section longitudinale des murs, par la détermination du diamètre de Ferret minimal [226], ne semble pas évoluer, même après traitement thermique à 1020°C (*Figure 85*).

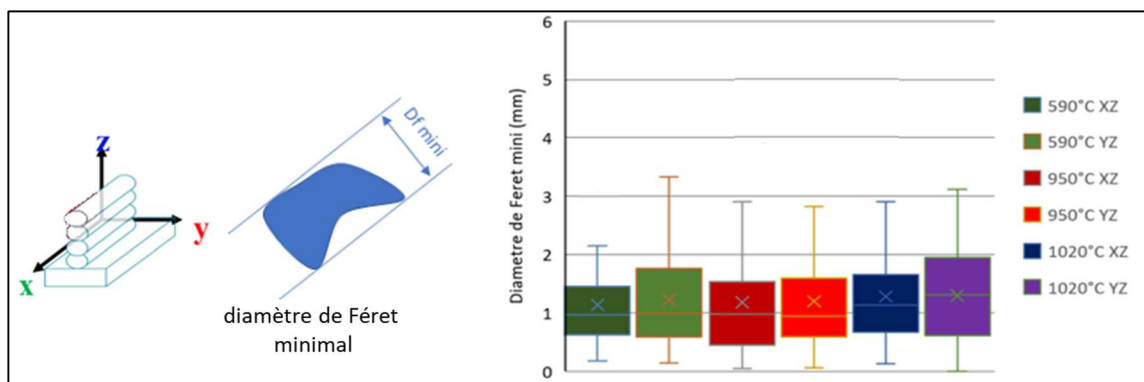


Figure 85 : mesure de la taille des ex-grains  $\beta$  selon le traitement thermique, effectuée par contournement manuel sur assemblages de clichés MO et détermination du diamètre de Ferret minimal

En revanche, une évolution de la microstructure est observée pour les traitements au-dessus de 850°C, avec une forte augmentation de la largeur des lamelles, ce qui est présenté en *Figure 86*. Il y a progressivement disparition de la structure en *panier-tressé* au profit de colonies, seules présentes à partir de 1000°C. La zone de *banding* n'est alors plus décelable, ni la ligne de fusion.

Après traitement à 1020°C, la macrographie de la *Figure 87-b* montre que les grains sont moins allongés, comparativement à la *Figure 87-a* : un caractère plus équiaxe semble présent. Les micrographies révèlent plusieurs larges colonies au sein d'ex-grains β, dont les orientations des lamelles diffèrent entre colonies.

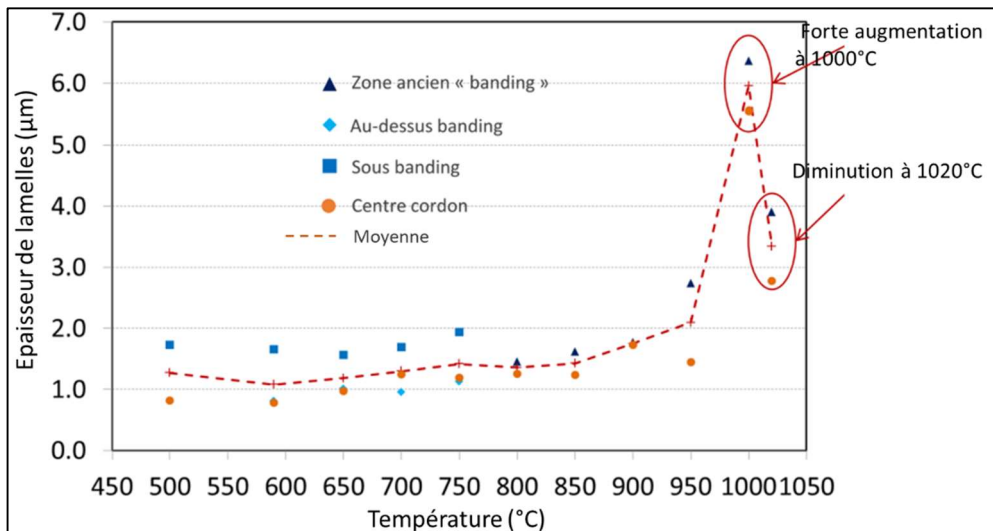


Figure 86 : évolution de la taille des lamelles alpha selon la température de traitement thermique effectué

La dureté du matériau traité à 590°C est proche de celle du matériau brut, qui est de  $333 \text{ Hv}_{10} \pm 5$ . La macrostructure et la microstructure après ce traitement, visibles en *Figure 87-a*, évoluent peu par rapport au brut. Le traitement à 1020°C n'abaisse que peu la dureté moyenne, mais produit en revanche une plus grande dispersion des valeurs mesurées qui vont alors de 310 à 370  $\text{Hv}_{30}$ .

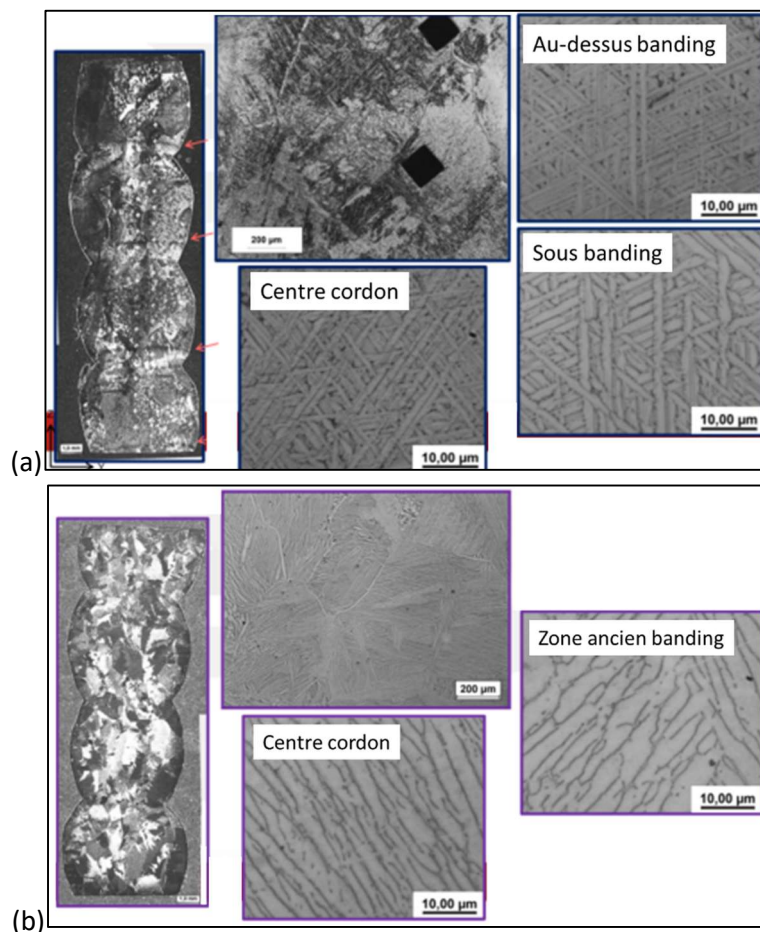


Figure 87 : micrographies optiques du mur Type-P3 après traitements thermiques de (a) 2h à 590°C et (b) 1020°C

### 1.2.4 Défauts

Une couche de couleur marron est observée sur les photos des murs *Figure 61*. Elle indique qu'une oxydation s'est produite, malgré le système de protection. D'autre part, une couche d'alliage enrichie en oxygène, qui a diffusé depuis la surface, s'est formée sous la couche d'oxyde. Cette couche, appelée « *alpha-case* », est reconnaissable à la présence en plus grande quantité de phase alpha, qui a été stabilisée par l'oxygène, élément alpha-gène. Cette zone est généralement plus dure et fragile, et peut dégrader le comportement mécanique du matériau, notamment en fatigue. Cependant, son épaisseur n'est que de 100  $\mu\text{m}$  environ, et elle sera éliminée lors de l'usinage par fraisage des éprouvettes d'essais mécaniques. Les diverses observations métallographiques n'ont pas révélé d'oxydes inclusionnaires ou de porosités de tailles significatives.

## 2 Solidification et maintien en température

*Cette seconde partie a pour but d'expliquer qualitativement la formation des microstructures résultantes des étapes de solidification, de réchauffage et de maintien en température en phase solide, ainsi que du traitement thermique. Elle s'appuie sur les analyses métallographiques, les données physiques mesurées in-situ lors de la fabrication, ainsi que les résultats de travaux de modélisation réalisés par le CEMEF.*

*La solidification est étudiée dans la zone du brut où est estimé être établi le régime thermique quasi-stationnaire, impliquant une solidification identique à chaque cordon, et d'où sont extraites les éprouvettes de caractérisation.*

*Le dernier cordon est observé afin d'analyser les microstructures non altérées par un réchauffage dû aux cordons ajoutés par la suite. Les cordons sous-jacents sont étudiés pour comprendre l'impact de ce réchauffage. Enfin, l'impact des traitements thermiques est étudié.*

### 2.1 316L

#### 2.1.1 Mode de solidification attendu

Le procédé utilisé induit une solidification rapide. Selon la composition du matériau d'apport 316L utilisé et les définitions des paramètres « chrome équivalent »  $Cr_{eq}$  et « nickel équivalent »  $Ni_{eq}$  utilisées pour tracer le *diagramme-WRC 92* [40], applicable en soudage à l'arc,  $Cr_{eq}$  est de 21,4 % et  $Ni_{eq}$  est de 12,4 %. Le rapport  $Cr_{eq}/Ni_{eq}$  est de 1,7, ce qui correspond d'après ce diagramme à un mode de solidification FA [41]. La *Figure 88-a* présente le diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni d'un alliage contenant 70% de fer, tiré de la littérature [42]. La zone rouge correspond à la composition de l'acier 316L utilisé dans notre étude, positionnée à partir de différentes études également tirées de la littérature [59][228][229][230][231][232][233].

D'après ce diagramme, le liquide commence à se solidifier en ferrite  $\delta$ , puis en austénite primaire  $\gamma_p$  par réaction eutectique (*Figure 88-b*). Cette austénite peut même se former autour de la ferrite, par un mécanisme de type péritectique aux interface  $\delta/L$  [234][235][236].

En phase solide, la ferrite métastable  $\delta$  tend à se transformer en austénite secondaire  $\gamma_s$  si les conditions de diffusion sont suffisantes. Cependant en soudage ou fabrication additive, cette transformation est généralement incomplète, et la ferrite résiduelle présente une morphologie vermiculaire ou en lattes au sein de la matrice austénitique [39]. C'est en effet la microstructure majoritairement observée dans les cordons Type-P1 et -P2.

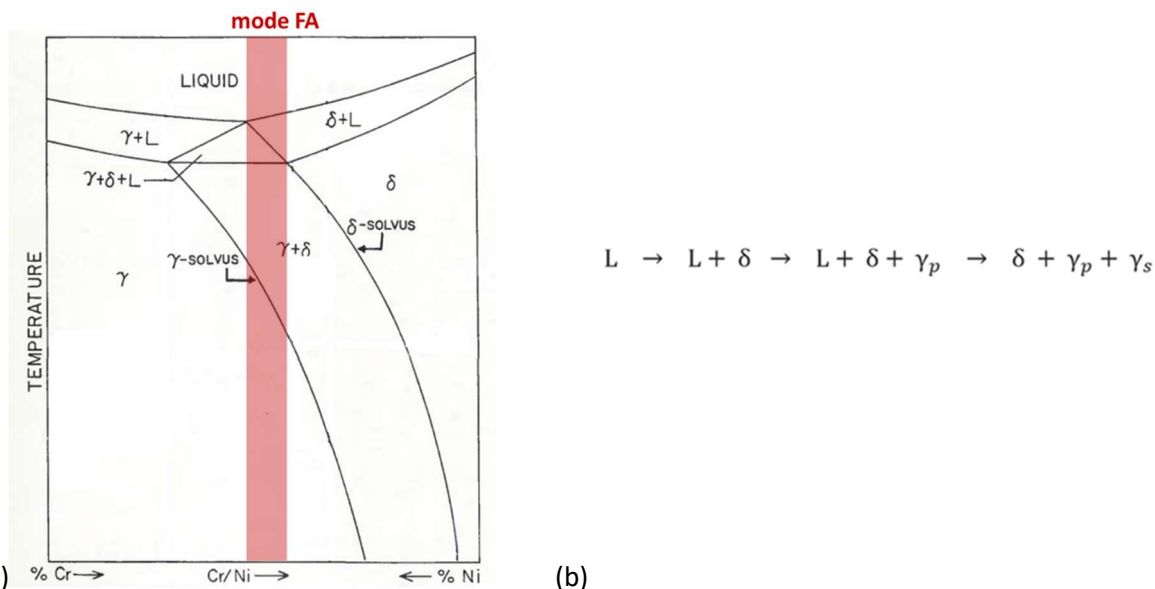


Figure 88 : (a) diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% de fer [42] avec positionnement de l'alliage 316L utilisé / (b) description des étapes de solidification et de transformation à l'état solide

### 2.1.2 Détermination de la zone de liaison

La zone de liaison est l'interface entre la zone solide et la zone fondue par l'apport de chaleur. Elle constitue une zone de discontinuité microstructurale, observable sur les analyses micrographiques. Sa détermination peut être difficile pour les aciers inoxydables austénitiques dans le cas du mode de solidification FA où plusieurs structures peuvent être obtenues, et où des transformations importantes ont lieu en phase solide [43]. C'est aussi le cas en particulier lorsque le substrat est déjà composé de structures de solidification, comme dans le cas de la fabrication additive ou du soudage multi-passes. Une zone de transition, partiellement fondue, peut être présente [24]. Les zones de liaison ont été indiquées sur de précédentes figures, et il est expliqué dans ce paragraphe les hypothèses sur lesquelles sont basées leurs déterminations.

La forme extérieure du brut aide à identifier la limite de la zone de liaison en surface : les flèches vertes sur la Figure 69 indiquent une zone de démarcation extérieure entre deux dépôts, de formes bombées, conséquence des forces de tension de surface et de l'effet de la gravité s'exerçant sur le bain fondu [26]. Les lignes rouges tracées à partir des flèches vertes sont des estimations de la position des lignes de fusion dans l'épaisseur des cordons.

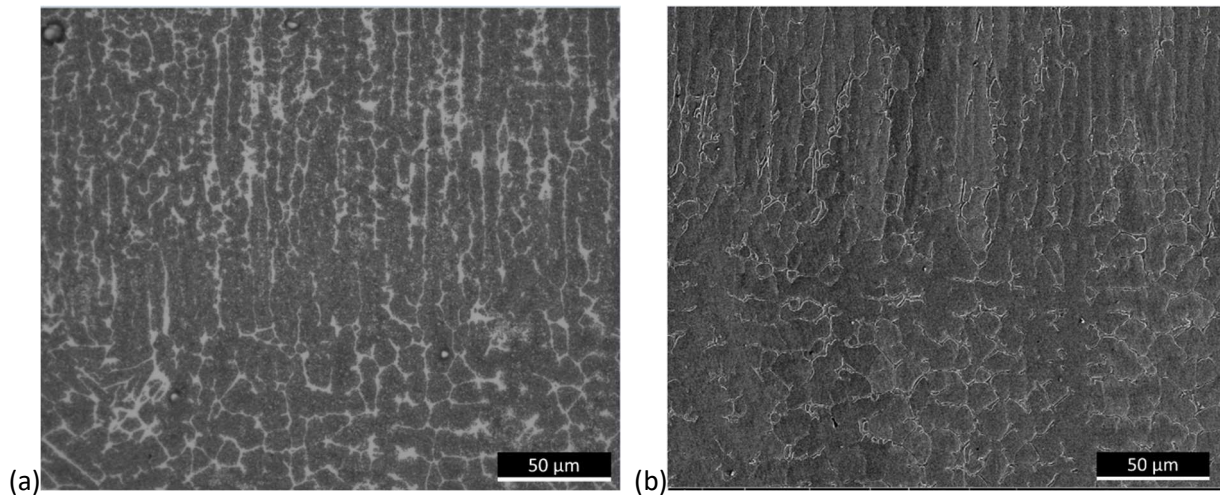
La Figure 69 est utilisée afin d'identifier la localisation de la ligne de fusion au centre des cordons. L'étude du dernier cordon aide à reconnaître les phénomènes, sa microstructure étant brute de solidification car elle n'a pas été réchauffée par les cordons suivants.

Au centre épaisseur, deux lignes sont discernables, entourant la zone en lunule  $A_N$ , qui se distingue par la finesse de son réseau de ferrite vermiculaire formée à la solidification. Une de ces deux lignes doit correspondre à la ligne de fusion.

Si la ligne de fusion est la ligne supérieure, la lunule est située dans la zone affectée thermiquement par le dépôt de la dernière passe, et la microstructure est alors uniquement modifiée en phase solide. L'évolution des proportions de phases  $\gamma$  et  $\delta$  se fait alors par déplacement de l'interface entre ces deux phases, gouvernée par la diffusion [31][40], ce qui ne doit pas modifier la morphologie vermiculaire de la ferrite, ou la distance entre bras primaires des dendrites. Or, la zone  $A_N$  est la zone dans laquelle les bras primaires de dendrites semblent les plus étroits, avec la teneur en ferrite la plus élevée, ce qui est donc en désaccord avec les transformations attendues en zone affectée thermiquement.

Ainsi, la zone de lunule  $A_N$  est située dans la zone refondue, et la ligne de fusion passe juste sous cette zone. La ferrite primaire formée lors de la solidification a été retenue en grande quantité dans cette zone du fait d'un refroidissement rapide. Elle n'évolue que très peu ensuite, étant la zone la plus éloignée du prochain cordon, et donc la moins soumise au réchauffage.

La *Figure 89* montre la zone de démarcation entre la zone  $C_N$  sous lunule et la lunule. Le tracé de la ligne de fusion, initiée depuis les bords, est ainsi complétée et tracée en rouge *Figure 69*.



*Figure 89 : zone de liaison entre  $C_N$  et  $A_N$  du Type-P2 : (a) micrographie optique / (b) micrographie MEB*

En coupe transversale, la ligne de fusion a ainsi une forme de « M ». Les limites de cette ligne n'ont pas tout à fait la même forme pour les Type-P2 et -P1. Dans ces derniers murs, la courbure de cette ligne s'inverse légèrement près des surfaces. Cette observation peut témoigner de courants de convection différents au sein de ce mur, dont la largeur est plus importante [24]. Ces courants sont notamment induits par les forces de Marangoni, résultant d'un gradient de tension de surface important au niveau de l'interface liquide/gaz, du fait du gradient de température plus important le long de cette interface dans le cas du Type-P1, fabriqué avec une énergie linéique supérieure et des temps de pause inférieurs.

### **2.1.3 Simulation du procédé**

L'apport de la simulation numérique permet d'estimer des données physiques difficiles à mesurer. La première partie de ce paragraphe présente des résultats bibliographiques permettant de conforter ce qui a été présenté précédemment, alors que la seconde partie présente des résultats de simulations numériques réalisées en utilisant les données mesurées lors de la fabrication des murs.

La simulation thermo-hydrodynamique de la construction de murs par superposition de mono-cordons en *TA6V* par procédé *WAAM-plasma* a été menée par *Bai et al.* afin de modéliser les transferts de chaleur et les mouvements de convection dans la zone fondue [26]. La forme des zones fondues obtenues, représentées en *Figure 90*, est proche de celles observées *in-situ* sur la face des murs, présentées au chapitre II, ou de celles observées sur les coupes transversales présentées plus haut dans ce chapitre, avec une limite de bain fondu en forme de « M ».

Une simulation numérique du procédé a été réalisée par le *CEMEF* [237]. Elle utilise notamment les données énergétiques et thermiques enregistrées lors de l'étape de fabrication des murs en *316L* Type-P1 et -P2 dans le but de modéliser les évolutions de température en cours de fabrication, ainsi que les contraintes générées.

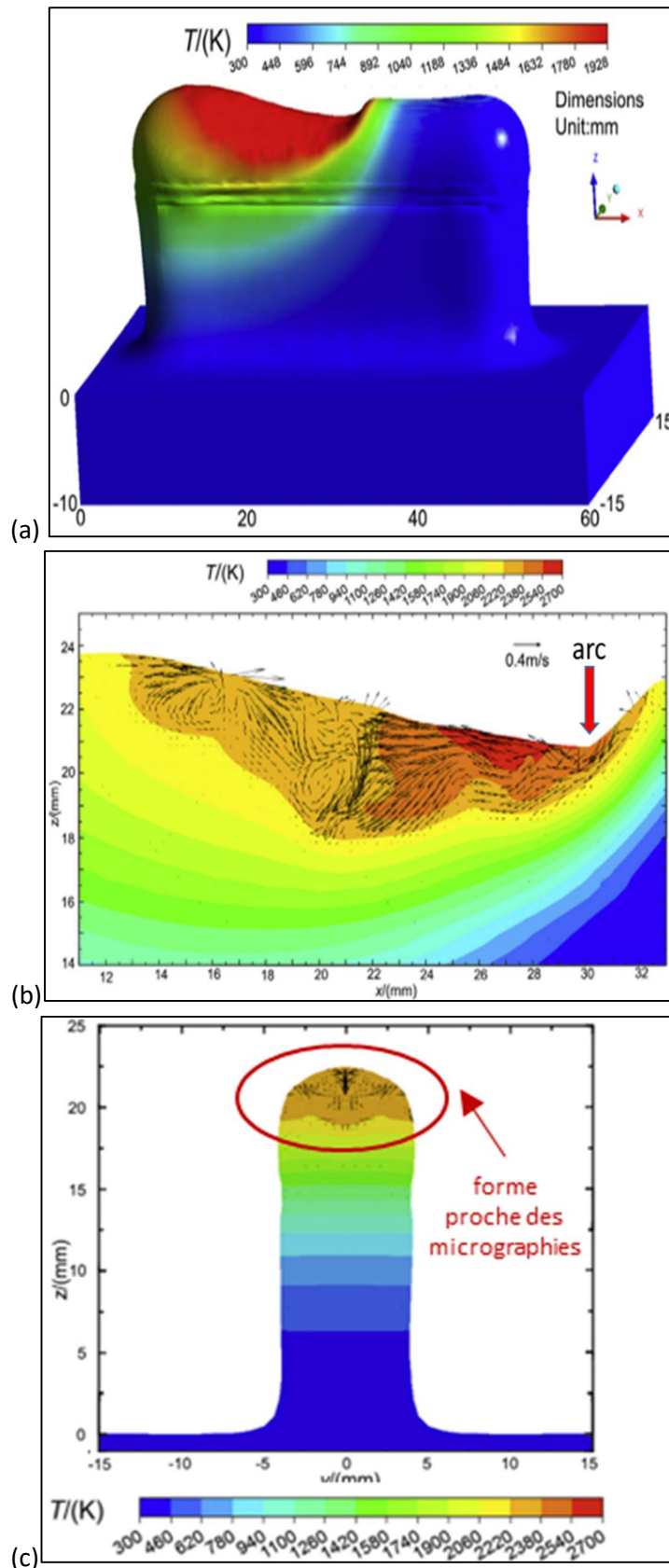


Figure 90 : simulation numérique thermo-hydrodynamique de la fabrication d'un mur : (a) vue 3D avec une couche fondue en cours de dépôt / (b) observation des flux de matière et des champs de température : coupe longitudinale dans le plan X-Z, à  $y=0$  / (c) coupe transversale dans le plan Y-Z à  $x=30$  mm [26]

La Figure 91 présente des résultats issus de ces simulations thermiques, qui peuvent aider à analyser les phénomènes de solidification et les différences observées selon les zones ou le Type de mur. L'axe x représente l'axe longitudinal du cordon, et l'axe z l'axe vertical. La première courbe représente la position de l'isotherme du liquidus dans le plan x-z, à l'arrière du cordon, considérée comme la zone de liaison délimitant le bain fondu depuis son point le plus bas (point pénétrant le plus) jusqu'à l'arrière du bain. Les

évolutions du gradient thermique  $G_T$ , de la vitesse de solidification  $R$ , ainsi que du rapport  $G_T/R$ , le long de l'isotherme de liquidus à l'arrière du bain, sont également présentées. Les zones  $A_N$  et  $B_N+C_N$  décrites dans les paragraphes précédents sont aussi positionnées.

Ces résultats montrent que le gradient thermique est le plus élevé en partie basse du bain de fusion, à l'endroit où la solidification démarre, puis diminue pour atteindre une valeur minimale à l'arrière du bain. En revanche, la vitesse de solidification augmente, ce qui conduit à un rapport  $G_T/R$  qui diminue rapidement au fur et à mesure que la solidification progresse dans la hauteur du cordon déposé. Ces données sont utilisées dans le paragraphe suivant pour tenter d'expliquer les variations de morphologies des microstructures observées.

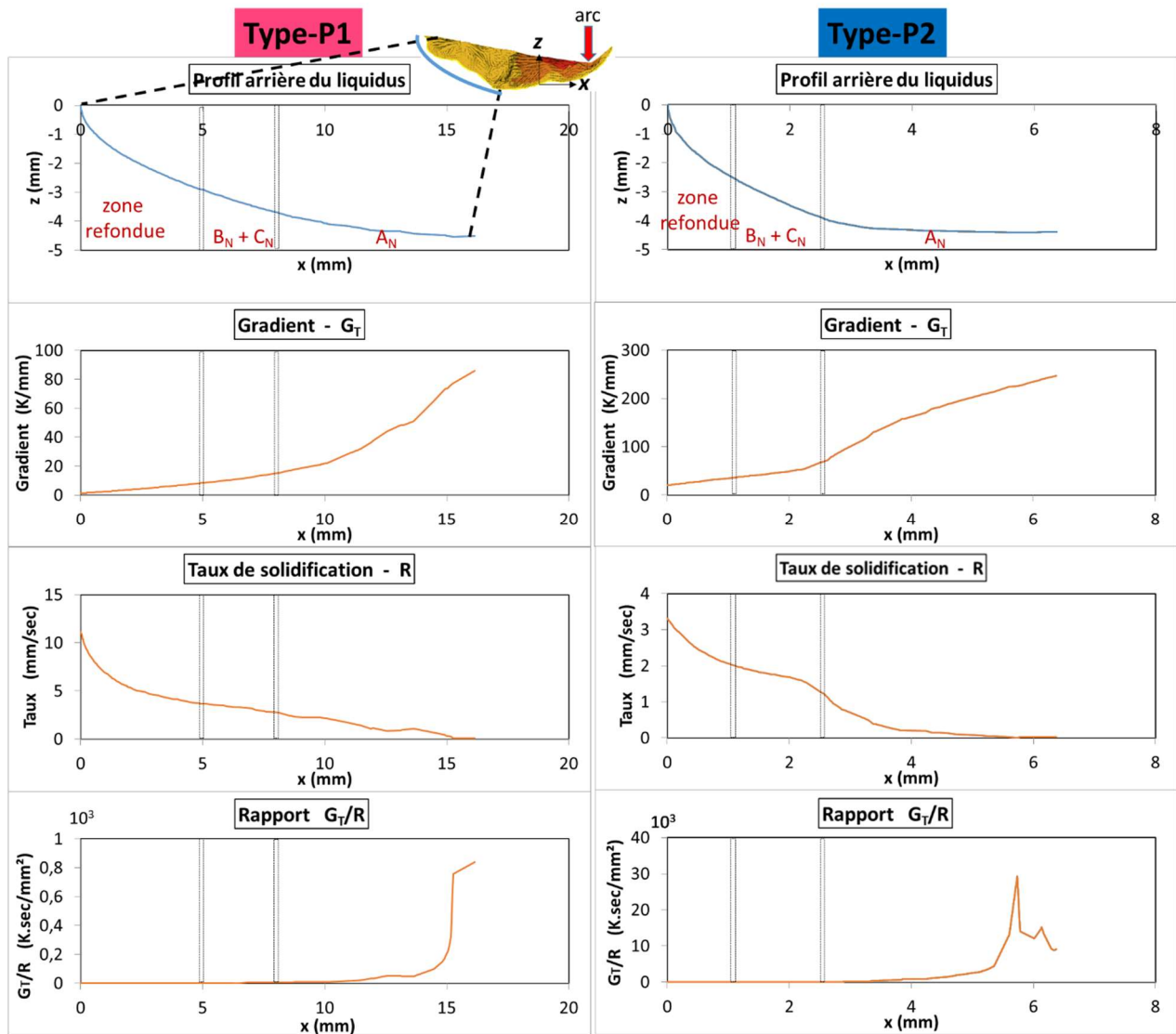


Figure 91 : résultats issus de simulations numériques réalisées par le CEMEF montrant les caractéristiques des champs thermiques le long de l'isotherme correspondant au liquidus, pour les Type-P1 et Type-P2

#### 2.1.4 Morphologies et orientations des grains

Il est rappelé que malgré les différents jeux de paramètres procédés, les morphologies de grains sont proches pour les Type-P1 et -P2 (ce qui est également le cas des Type-P3 et -P4).

La profondeur de zone refondue est cependant plus importante sur le Type-P1, représentant environ deux couches déposées, induite par une énergie linéique plus importante. Le haut de la zone de « lunule » se trouve alors très proche de la limite de la zone refondue, avec parfois l'absence de la zone  $C_N$ .

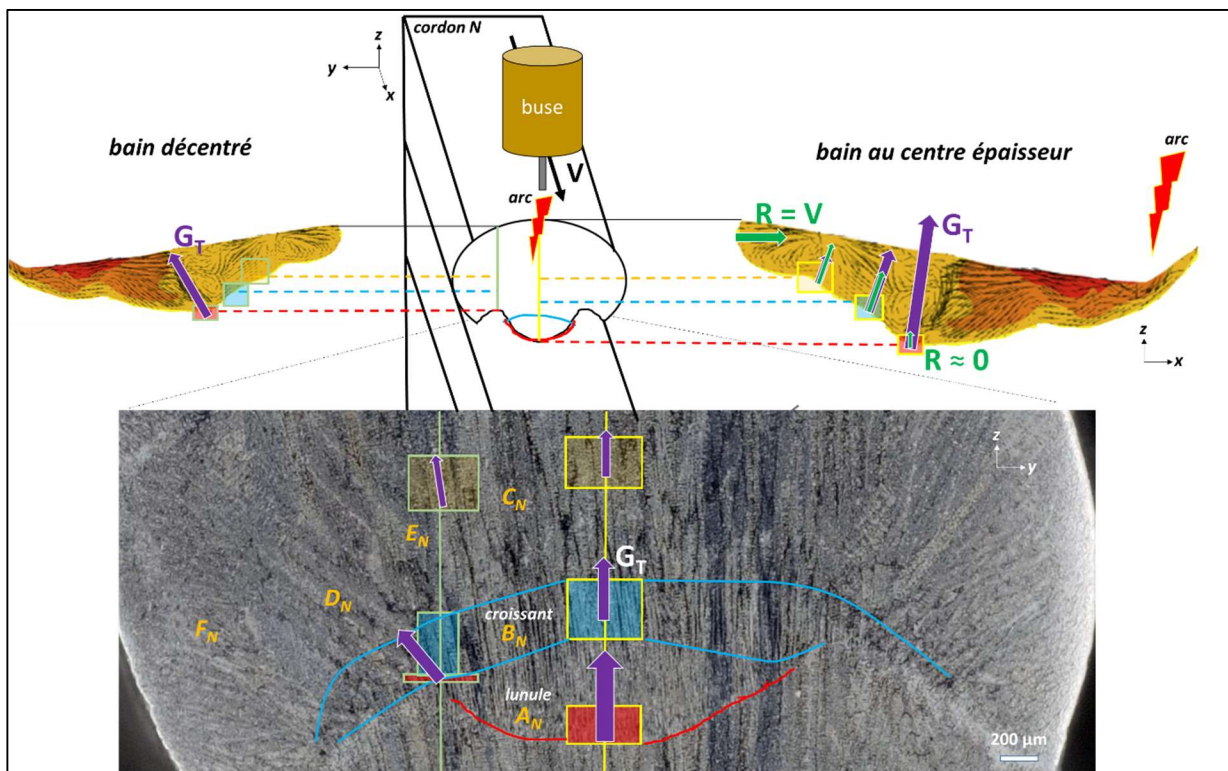
La macrostructure est majoritairement constituée de grains colonnaires, comme le montrent les clichés EBSD de la Figure 68 sur coupes transversales. Les grains sont orientés dans la direction verticale, avec

une forte texture, les directions cristallographiques de type  $\langle 001 \rangle$  étant souvent alignées avec l'axe vertical. Ce résultat est conforme aux observations réalisées dans les nombreux travaux traitant de la fabrication additive, reportés dans la bibliographie. Il s'explique par le fait qu'après quelques couches déposées, le gradient thermique est majoritairement vertical du fait de l'évacuation de la chaleur orientée vers le substrat, comme représenté *Figure 92* où les vecteurs gradients sont perpendiculaires à la ligne de fusion. Les grains dont les orientations préférentielles de croissance, qui sont les directions de type  $\langle 001 \rangle$  dans les structures cubiques, sont alignées avec le gradient thermique gagnent la compétition de croissance sur les autres grains. Ces grains croissent ainsi de manière colonnaire dans la direction du gradient. Les orientations cristallographiques sont transmises de couche en couche par le phénomène de croissance par épitaxie depuis la ligne de fusion, accentuant le caractère colonnaire de la structure, et conduisant à la forte texture observée.

Les directions et l'amplitude des gradients thermiques ainsi que les directions et taux de solidification sont représentés de manière schématique par l'orientation et la longueur des flèches en *Figure 92*.

Dans la zone de lunule référencée  $A_N$ , juste au-dessus de la zone de liaison, les dendrites colonnaire formées lors de la solidification, dont on peut repérer le centre grâce au liseré quasi-continu de ferrite vermiculaire, sont fines. Le cordon sous-jacent ayant refroidi avant le dépôt de la passe suivante, la zone  $A_N$  est, relativement au reste de la zone fondue, soumise à un plus haut taux de refroidissement du fait d'un plus haut gradient thermique, comme le mettent en avant les résultats de simulations numériques reportés en *Figure 91*. Cette haute vitesse de refroidissement peut expliquer la finesse de la microstructure. Les espaces interdendritiques étant petits, les bras secondaires des dendrites se sont peu développés.

Une solidification encore plus fine, indiquant peut-être un mode de solidification cellulaire, semble même avoir eu lieu dans la zone  $A_N$  sur le Type-P2, d'après le cliché de la *Figure 71-b*. Ce mode peut être favorisé par les gradients thermiques élevés et les faibles vitesses de solidification, ce qui est d'autant plus le cas dans la zone  $A_N$  pour le Type-P2, comme le suggèrent les résultats des simulations numériques, avec un rapport  $G_T/R$  qui s'élèvent au bas de cette zone.



*Figure 92 : représentation schématique des gradients thermiques  $G_T$  et des directions et taux de solidification  $R$  selon la position dans le cordon*

Hormis la zone de lunule  $A_N$ , située au centre épaisseur des murs, les autres zones situées au-dessus de la ligne de fusion présentent une structure moins fine, témoignant de taux de refroidissement plus faibles.



Il est supposé que cette évolution est due à un gradient thermique plus faible, la conduction ne pouvant se faire aux bords des murs, comme le montre de manière schématique la *Figure 92*.

Les dendrites colonnaires semblent s'élargir dans la partie haute des cordons, en zones  $C_N$  et  $E_N$ , situées juste avant la zone refondue par la couche suivante, comme le montre la *Figure 76*. Cette évolution peut être liée à la diminution de la vitesse de refroidissement avec l'avancée de la solidification, qui favorise la croissance des bras secondaires des dendrites et donc leur élargissement, ou bien encore à la croissance sélective des dendrites de certains grains colonnaires, qui stoppent la croissance des autres. Ce phénomène est tout particulièrement observé sur le Type-P2 dans lequel la partie non refondue par les couches suivantes est plus grande, ce qui permet de mieux observer l'évolution de la largeur des dendrites dans la hauteur du cordon.

Les zones  $D_N$  et  $F_N$  présentent également des grains colonnaires, mais à orientations inclinées. Ces orientations proviennent de l'inclinaison forte de la ligne de fusion, conduisant à un gradient thermique, supposé normal à la ligne de fusion, également incliné. Pour cette même raison, du fait de la courbure très prononcée de la ligne de fusion au niveau de la lunule pour le Type-P1, quelques grains colonnaires au centre épaisseur du mur peuvent être inclinés, comme le révèle le cliché *EBSD Figure 68*.

La « zone en arc » allant de la zone  $B_N$  au-dessus de la lunule à la zone  $D_N$ , a un taux de ferrite vermiculaire plus bas. Ce résultat pourrait s'expliquer par la transformation à l'état solide d'une partie de la ferrite en austénite sous l'effet de l'échauffement produit par le dépôt du cordon suivant, sous le domaine biphasé  $\delta + \gamma$  (cf. *Figure 88*). Contrairement à la zone en lunule  $A_N$ , le réchauffage a ici un impact fort : la « zone en arc » est située dans la zone réaffectée thermiquement par la passe suivante. Les zones situées au-dessus le sont alors également, et sont portées à plus hautes températures. Cependant, il est observé que leurs teneurs en ferrite sont plus élevées. Dans l'hypothèse d'un réchauffage dans le domaine biphasé  $\gamma + \delta$ , la ferrite  $\delta$  pourrait être stabilisée au lieu de se dissoudre. Un maintien de courte durée à une température située juste en dessous de ce domaine pourrait également augmenter le taux de ferrite, par grossissement de la ferrite vermiculaire, qui se retrouverait ensuite peu transformée par un refroidissement rapide. Ce phénomène a déjà été observé sur la ferrite vermiculaire issue de lingots en acier inoxydable 304L [31]. Sous l'effet d'un gradient de composition entre le cœur des vermicules de ferrite, formé à haute température en début de solidification, plus riche en chrome, et l'interface avec l'austénite, une diffusion se produit conduisant à un enrichissement en chrome de la ferrite au niveau de cette interface, et à un déplacement de celle-ci au détriment de l'austénite. Ce phénomène conduit à une augmentation de l'épaisseur de la ferrite vermiculaire, et donc à une augmentation du taux de ferrite après une exposition de quelques minutes à haute température, comme le montre la *Figure 93*. Lorsque la teneur en chrome devient homogène dans la ferrite, après quelques minutes à 1260°C, l'interface  $\delta/\gamma$  se déplace alors vers la ferrite, produisant sa dissolution progressive.

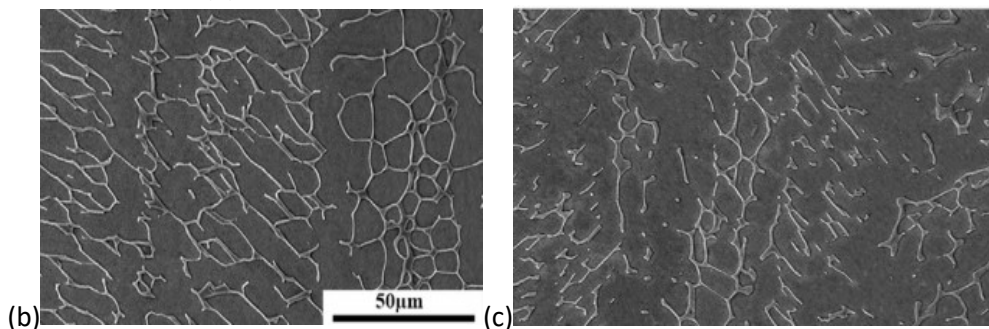
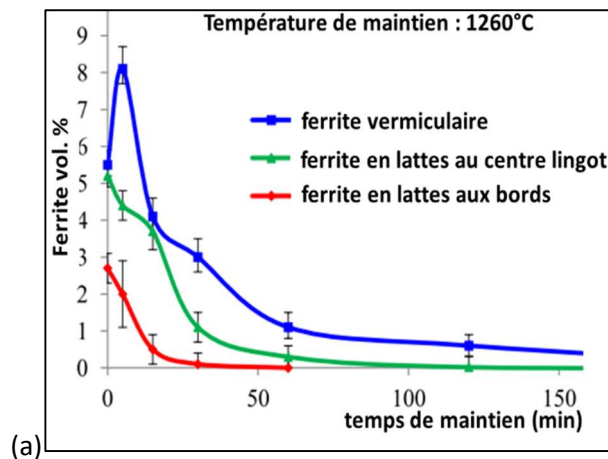


Figure 93 : (a) évolution de la teneur en ferrite selon sa morphologie au sein d'un lingot 304L coulé, au cours d'un maintien à 1260°C [31] / évolution de la ferrite lamellaire dans les différentes couches d'un acier 316L déposées en WAAM, (b) dans la dernière couche et (c) dans l'avant-dernière couche [44]

D'autres travaux, réalisés sur un acier 316L, ont révélé des résultats proches de ceux présentés ici. La ferrite, a tendance à se dissoudre légèrement lors du dépôt de la passe suivante (Figure 93-b-c) [44]. En revanche, aucune augmentation de largeur des zones de ferrite n'est ici observée, ce qui pourrait s'expliquer par leur morphologie plus lamellaire, et également par une composition différente.

Il est également remarqué que dans la zone  $D_N$ , des dendrites colonnaires se croisent du fait des changements de directions de gradients thermiques induits par la forme en « M » de la ligne de fusion.

En se rapprochant des bords, depuis la zone  $F_N$ , les cartographies EBSD révèlent la présence de grains peu texturés de morphologie équiaxe. Ces grains pourraient s'être formés par nucléation au sein de la phase liquide, peut-être à partir de fragments de dendrites provenant de l'interface S/L, détachés et amenés par les courants de convection. Ces grains, également formés sur le dessus du cordon en zone  $G_N$ , pourraient être aussi le résultat d'un phénomène de nucléation de surface, sous l'effet du refroidissement produit par le gaz de protection [24].

La présence des grains équiaxes formés en haut du cordon en zone  $G_N$  pourrait aussi s'expliquer par le plus faible rapport  $G_T/R$  (Figure 92), qui augmente la surfusion et donc favorise la nucléation.

Il a été mesuré que le taux de phase sigma formée dans les matériaux, présenté dans la *Tableau 13*, est très faible pour les deux Types de murs, et un peu supérieur au sein du Type-P1. Ce résultat est en accord avec les jeux de paramètres utilisés, menant à des durées d'exposition plus longues à hautes températures pour le Type-P1.

## 2.2 TA6V

### 2.2.1 Morphologies et orientations des grains

La solidification du TA6V conduit à la formation de grains de phase bêta, qui croissent par épitaxie depuis les grains formés dans le substrat ou la couche sous-jacente, sous forme de grains colonnaires, orientés dans la direction du gradient thermique. Bien que les lignes de fusion soient difficiles à déterminer, l'observation macrographique d'une coupe longitudinale du mur Type-P3 (Figure 80-b), qui montre les changements de direction en zig-zag des grains, permet de repérer la limite des différentes couches.

Ces formes en *zig-zag* indiquent que le gradient thermique n'est pas parfaitement vertical pour les conditions de fabrication retenues, mais légèrement incliné dans la direction d'avance de la torche. Cette inclinaison de l'axe principal des grains colonnaires pourrait expliquer le faible élanement observé dans les coupes transversales, qui montrent des grains présentant une morphologie parfois presque équiaxe, à la différence de ce qui avait été vu dans la bibliographie, en *WAAM-TIG* (Figure 16).

La largeur des grains bêta est importante, de l'ordre du millimètre, et a tendance à augmenter dans la hauteur d'une même couche : du fait du phénomène de croissance sélective, les grains dont les directions de croissance préférentielle sont les mieux orientées par rapport au gradient ont tendance à croître plus facilement et à stopper la croissance des grains voisins moins bien orientés au sein d'une même couche.

Une largeur plus faible des ex-grains  $\beta$  est observée pour le Type-P1, qui peut s'expliquer par une vitesse d'avance plus importante.

Tout comme pour le *316L*, le fort gradient thermique, dont une conséquence est la formation des grains colonnaires, mène à une solidification texturée, les directions cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  de la phase CC bêta étant majoritairement orientées dans la direction du gradient thermique [36]. Cependant, ce gradient étant incliné suivant le sens d'avance de la torche, qui change à chaque nouvelle couche avec la stratégie aller-retour, les directions de croissance des grains changent à chaque nouvelle couche, ce qui peut limiter le phénomène de croissance sélective. On peut ainsi supposer qu'un plus grand nombre de grains d'orientations différentes pourront croître grâce à ces changements périodiques de direction de croissance.

De plus, au passage sous le transus, des lamelles alpha se forment depuis la phase bêta selon les orientations préférentielles de Burgers, en possiblement douze variants de cristallographie *HC*.

Les analyses *EBSD* locales montrent que les lamelles de phase alpha possèdent plusieurs orientations cristallographiques, souvent différentes au sein d'ex-grain  $\beta$  adjacents, révélant la relative faible sélection des variants lors de la transformation de la phase bêta, phénomène également observé dans la bibliographie [36][238].

Ces différents éléments convergent vers le fait que la texture des matériaux est faible, ce qui à une échelle macroscopique est confirmé par la différenciation de coloration suite à attaque chimique des ex-grains  $\beta$  au sein d'une même couche (Figure 80-b).

## **2.2.2 Effet du réchauffage, maintien en température et traitement thermique**

La cause du *banding* est le réchauffage du matériau dans une plage de température située juste sous le transus- $\beta$ , qui provoque un grossissement des lamelles de phase alpha. Il forme une ligne relativement horizontale, visible en Figure 80, qui épouse la forme des lignes isothermes.

La zone située au-dessus de cette ligne est la zone qui a été portée au-dessus de la température de transus, c'est-à-dire à plus de 1020°C environ, conduisant à une transformation complète en phase bêta, et à la formation au cours du refroidissement rapide de fines lamelles de phase alpha. Les zones de *banding* et celles situées juste sous le *banding* présentent une structure lamellaire plus grossière, car elles ont été maintenues à une température légèrement inférieure au transus- $\beta$ , ce qui a permis le grossissement des lamelles alpha.

Pour les trois Types de murs, le *banding* est visible jusqu'à l'avant dernier cordon. Ceci implique que le dépôt d'un nouveau cordon n'affecte que la microstructure du cordon sous-jacent, en l'amenant à des températures proches du transus- $\beta$ , les températures plus basses ne produisant pas de modification microstructurale significative.

Une analyse thermique différentielle réalisée sur un échantillon prélevé dans le mur Type-P3, et reportée en Figure 94, a permis de confirmer le domaine de température de transformation du matériau [226]. A la chauffe, à une vitesse de montée en température lente, de 10°C/min, la transformation en phase bêta débute vers 950°C et se termine à environ 1018°C. Au refroidissement, la transformation de la phase bêta en lamelles alpha démarre à 954°C. Ces résultats confirment que la température du transus- $\beta$  est de 1020°C environ, proche de la température du traitement thermique effectué.

L'évolution de la microstructure durant les traitements thermiques de deux heures a montré une disparition du *banding* à partir de 850°C. Cette température correspond à la température minimale à partir de laquelle les lamelles de phase alpha commencent à grossir, ce qui produit une homogénéisation de la microstructure. La largeur des lamelles augmente alors avec la température de traitement. Lors de traitements thermiques effectués à 1020°C en revanche, la microstructure de ferrite lamellaire est affinée, ce qui s'explique par le passage au-dessus du transus-β et ainsi à la transformation complète du matériau en phase bêta, qui se retransforme au refroidissement en fines lamelles de phase alpha.

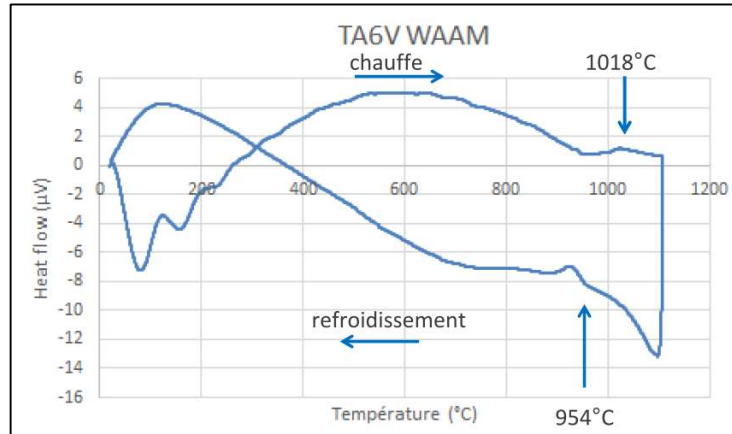


Figure 94 : analyse thermique différentielle sur matériau Type-P3 [226]

Ce traitement à 1020°C mène cependant à une grande variabilité de dureté. Ceci témoigne de la présence de lamelles de tailles variables. Selon le positionnement de la mesure au sein de ces lamelles (cœur d'une lamelle fine ou plus large, joints ...), des différences importantes de dureté sont ainsi observées.

### 3 Conclusion du chapitre

Ce chapitre a présenté les particularités métallurgiques des deux matériaux d'étude produits en *WAAM-CMT*, ainsi que les causes les ayant produites.

Concernant le *316L*, tous les murs réalisés avec une même synergie *CMT* à polarité directe sont constitués d'une macrostructure colonnaire verticale et fortement texturée, avec des grains traversant plusieurs couches. Le gradient thermique, bien que d'intensité différente, est toujours orienté dans la direction de construction selon la géométrie de pièce retenue, et explique la direction de croissance et la texture observées. Le changement de jeux de paramètres a un impact limité sur la taille des grains colonnaires et celle des sous-structures dendritiques, qui deviennent un peu plus grossières en utilisant des énergies supérieures. Une particularité microstructurale est la présence d'un réseau de ferrite vermiculaire. La densité de celui-ci évolue qualitativement de la même manière et dans des quantités proches pour les différents jeux de paramètres, selon le positionnement au sein de trois zones identifiées.

Ainsi les microstructures sont assez proches pour les différents jeux de paramètres testés.

Notons également qu'un changement de morphologie est observé en s'approchant de la surface des murs. Les structures verticales colonnaires s'inclinent vers ces surfaces, puis se transforment à leur proximité en structures à caractère équiaxe, non texturées.

L'effet des traitements thermiques a également été étudié. Un traitement thermique de détensionnement ayant pour but de réduire les contraintes résiduelles avant usinage ne change que peu la microstructure. En revanche, un traitement de mise en solution à 1150°C permet la dissolution quasi-complète du réseau de ferrite.

Il n'a pas été relevé de différences franches de microstructure ou de présence d'oxydes entre les matériaux produits avec ou sans système d'inertage.

Enfin, la variante procédé *CMT-advanced* a été essayée, avec une énergie plus faible, et a conduit à la formation d'une microstructure atypique, avec des dendrites de morphologies différentes, et un réseau de ferrite qui semble plus homogène, bien que des zones soient clairsemées.

Les murs en *TA6V* se composent de matériaux dont les ex-grains bêta ont une morphologie colonnaire légèrement inclinée dans la direction d'avance de la torche, et de ce fait, des grains accolés en *zig-zag* différencient deux couches successives. De plus, la phase bêta constituant les grains se transforme en de multiples grains au refroidissement, lamelles alpha dont il n'a pas été identifié de texture préférentielle à l'échelle du matériau.

Bien que la taille des ex-grains bêta semble un peu plus importante lorsque de fortes énergies linéiques sont employées, les microstructures obtenues sont équivalentes pour tous les jeux de paramètres testés. Elles sont caractérisées par la formation de liserés  $\alpha_{GB}$  entourant chaque ex-grain bêta, et de lamelles alpha occupant l'intérieur des ex-grains bêta, accolées entre elles sous forme de colonies ou *panier-tressé*. En contact des liserés, des structures en colonies ont été observées, de même que dans la bibliographie [36].

Egalement, une zone de *banding* horizontale est observée sur tous les matériaux, d'une hauteur de quelques dizaines de microns, au sein de laquelle la morphologie des lamelles alpha varie, et leur taille devient légèrement supérieure.

De manière à disposer d'échantillons de différentes microstructures, deux types de traitements thermiques post-fabrication ont été choisis. Le premier est un détensionnement conservant globalement la microstructure décrite ci-dessus issue du procédé *WAAM*. Le second, mené au-dessus du transus- $\beta$  pour homogénéiser la matière, mène à un matériau dont la structure et la taille des lamelles est plus homogène mais aussi un peu plus grossière.





## **CHAPITRE IV. CARACTERISATION THERMOMECHANIQUE**

*La première partie traite de la mise en œuvre de la caractérisation mécanique. Les types d'essais et les moyens utilisés pour les réaliser y sont décrits. L'acquisition et le traitement des données issues de la machine de traction ou de l'imagerie sont présentés, et les paramètres retenus pour les traitements sont explicités. Que ce soit en essais monotones ou de cyclage, la finalité est l'obtention de grandeurs énergétiques, dont la dissipation intrinsèque.*

*La seconde partie présente les choix des matériaux effectués suite aux essais de caractérisation morphologique et métallurgique, et précise leurs conditions de fabrication (inertage ou non, détails du traitement thermique). Ils sont référencés afin de les identifier dans les essais suivants.*

*Les troisième et quatrième parties présentent respectivement les résultats des essais de caractérisation thermomécanique obtenus sur les matériaux 316L et TA6V choisis. Les résultats sont présentés à l'échelle de l'éprouvette, puis à une échelle plus locale, permise par l'observation par imagerie. L'analyse est effectuée en s'appuyant sur la caractérisation microstructurale précédemment présentée.*



# 1 Caractérisation du comportement thermomécanique

Cette première partie décrit le dispositif des essais de traction et de cyclage, l'acquisition des données et leurs traitements. Les champs cinématiques sont calculés en utilisant la corrélation d'images numériques. Les champs de températures sont mesurés afin d'estimer les sources de chaleur et d'établir un bilan d'énergie associé à la réponse du matériau. Les sources de chaleur sont obtenues par la résolution de l'équation de la chaleur intégrée dans l'épaisseur de l'échantillon. Cette résolution nécessite des traitements spécifiques sur les champs de températures eulériens mesurés par la caméra infrarouge afin de déterminer les différents termes présents dans l'équation (terme convectif, Laplacien, ...).

## 1.1 Dispositif expérimental

### 1.1.1 Présentation générale

Le système d'essais consiste en une machine de traction servo-hydraulique sollicitant une éprouvette plane, observée perpendiculairement d'un côté par une caméra CCD, et de l'autre par une caméra infrarouge (IR). Les deux caméras acquièrent des images en mode « trigger » selon des impulsions envoyées par un système de synchronisation précédemment développé au LMGC, *Synchrocam*.

La machine de traction utilisée est une machine 810-MTS munie d'une cellule de charge de 25kN. La consigne de sollicitation est définie au moyen de son système de pilotage. Selon les situations (type de matériau, géométrie d'échantillon) la qualité de l'asservissement peut varier et la consigne est plus ou moins bien respectée. Ainsi, la sollicitation réelle est enregistrée à une fréquence choisie par l'utilisateur afin de pouvoir contrôler *a posteriori* la sollicitation.

Trois types d'essais sont menés : des essais de traction, des essais de cyclage par paliers de charges croissantes et des essais de fatigue de type LCF ou HCF à amplitude de charge constante. Leurs caractéristiques sont données par la suite.

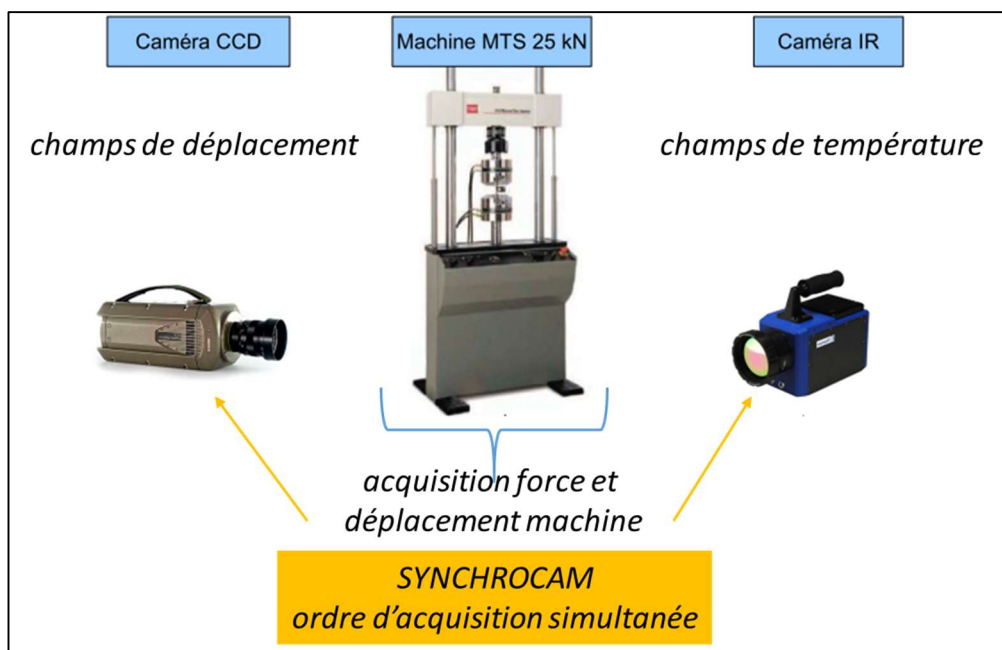


Figure 95 : dispositif global des essais thermomécaniques

### 1.1.2 Imagerie cinématique

La caméra CCD permet l'accès aux champs cinématiques, de déplacements et de déformations notamment.

Il s'agit d'une caméra *SENTECH STC-CMB4MCL* monochrome, dont les caractéristiques principales sont : résolution maximale de 2048\*2048 pixels, avec une taille de pixel de 5,5  $\mu\text{m}^2$ , un taux de transfert de 180 images par seconde, un codage sur 8 bits et un rapport signal / bruit de 20 dB.

Les champs de déplacements sont extraits des images visibles en utilisant la technique de Corrélation d'Images Numériques (CIN) [239]. Dans le cas d'éprouvettes homogènes, fines et planes, le champ de

contraintes peut raisonnablement être considéré comme plan, et il n'est pas nécessaire de recourir à des approches de stéréo-corrélation pour caractériser le tenseur des déformations dans le plan de l'échantillon. On se limite donc à un montage à une seule caméra placée dans une configuration fronto-parallèle par rapport à l'éprouvette, et on effectue une *CIN-2D*. Les champs de déplacements sont déterminés par une approche en corrélation locale [240]. Cette hypothèse est raisonnable tant que la striction ne s'est pas développée dans l'échantillon.

Les champs de déformation et de vitesse de déformation sont obtenus par dérivation des champs de déplacement filtrés par une méthode de Savitzky-Golay [240][241]. Les champs de contraintes sont estimés par intégration des équations d'équilibre en supposant l'uniformité de la contrainte normale dans chaque section de l'échantillon [240].

D'un point de vue pratique, un mouchetis aléatoire de peinture blanche est appliqué sur les éprouvettes au préalable peintes en noir, comme le montre la *Figure 96-a*. Les images successives enregistrées sont traitées par le logiciel *Trait\_Ciné\_NRJ* développé au LMGC. On résume ici les étapes d'acquisition et de traitements des images de la caméra :

### 1. CIN

Le critère appliqué par le logiciel est un critère de corrélation croisé normalisé *NCC* [239]. La fonction de forme pour les déplacements est de type fonction constante par *subset*. Pour atteindre une résolution subpixel, une interpolation bi-quadratique du critère de corrélation est réalisée au voisinage de son maximum discret. La forme de la zone d'étude est rectangulaire, et les subsets utilisés sont au minimum de 8\*8 pixels pour un facteur d'échelle de l'ordre de 35  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ , déterminé après étalonnage de la caméra par le biais d'une cale de dimensions connues.

Le calcul est fait en deux temps : (1) estimation grossière du champ de déplacement sur l'ensemble de la zone d'étude (calcul du déplacement sur une grille grossière puis approximation linéaire du champ de déplacement), puis (2) calcul sur un maillage fin de la zone d'étude en tenant compte des informations grossières précédemment déterminées. La *Figure 96-b* représente le maillage dans la configuration déformée après un essai de traction.

### 2. Calcul des déformations

Les champs de déplacement ainsi déterminés  $\vec{u}_{exp}(x_i, y_j, t_k)$  sont discrets et bruités. Pour les dériver, on réalise un lissage polynomial afin de régulariser les champs de déplacements avant dérivation. Un lissage en espace est réalisé en construisant, localement en chaque point de mesure, une fonction d'approximation polynomiale de degré 1 permettant d'obtenir le déplacement approximé  $\vec{u}_{app}(x, y, t_k)$  au voisinage du point  $(i, j)$  de la grille de mesure à l'instant  $t_k$  à partir du champ de déplacement mesuré (discret et bruité) au voisinage de ce point de mesure  $\vec{u}_{exp}^{mnk} = \vec{u}_{exp}(x_m, y_n, t_k)$ . Le choix des pas de lissage permet de définir les points  $(m, n)$  à prendre en compte dans le lissage. En pratique, on sélectionne les points de mesure situés à l'intérieur d'un rectangle centré sur le point  $(i, j)$ . Les dimensions de ce rectangle impactent grandement les résultats. Les critères de choix pour ces paramètres sont détaillés selon le type d'essai au §IV.1.5.

Les déformations de Green-Lagrange  $e_{yy}$ ,  $e_{xx}$  et  $e_{xy}$  sont ainsi connues. Une cartographie de déformation lors d'un essai de traction est reportée *Figure 96-c*.

### 3. Calcul de tenseurs de contraintes

En appliquant l'hypothèse de l'état des contraintes planes, dans un cadre quasi-statique, les équations d'équilibre s'écrivent dans les directions principales  $(x, y)$  de l'échantillon et en négligeant les forces volumiques [242][243] :

$$\begin{cases} \frac{\partial \sigma_{xx}(x, y, t)}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{xy}(x, y, t)}{\partial y} = 0 \\ \frac{\partial \sigma_{xy}(x, y, t)}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{yy}(x, y, t)}{\partial y} = 0 \end{cases} \quad (5)$$

Compte-tenu de la géométrie de l'échantillon, on suppose que la contrainte de traction  $\sigma_{yy}$  est répartie de manière homogène dans chaque section droite  $S(y,t)$  et on appelle  $F(t)$  la force normale appliquée à l'instant  $t$  sur chaque section de l'éprouvette. On suppose de plus que les contraintes de cisaillement  $\sigma_{xy}$  ont une résultante nulle sur chaque section droite, ce qui se traduit par une absence d'effort de cisaillement au niveau des attaches. En négligeant les déformations élastiques, et en en supposant que la déformation est isochore, il est possible d'exprimer la section actuelle en fonction de la section initiale  $S_0$  et de la déformation longitudinale de Hencky moyenne dans la section  $\overline{\varepsilon}_{yy}(y,t)$ , de sorte que  $S(y,t) = S_0 e^{-\overline{\varepsilon}_{yy}(y,t)}$ . Ainsi, la contrainte de traction  $\sigma_{yy}$  s'écrit [185] :

$$\sigma_{yy}(y,t) = \frac{F(t)}{S(y,t)} = \frac{F(t)}{S_0} e^{+\overline{\varepsilon}_{yy}(y,t)} \quad (6)$$

Dans ces conditions, la répartition de la contrainte de cisaillement  $\sigma_{xy}$  est antisymétrique par rapport à l'axe de traction. Son évolution est obtenue en intégrant la première équation d'équilibre :

$$\sigma_{xy}(x,y,t) = -\sigma_{yy}(y,t) \frac{\partial \varepsilon_{yy}(y,t)}{\partial y} x \quad (7)$$

Puis en intégrant la deuxième équation d'équilibre, avec la condition aux limites des bords  $y = l/2$  de l'éprouvette  $\sigma_{xx}(x, \pm l/2, t) = 0$  :

$$\sigma_{xx}(x,y,t) = \frac{\partial}{\partial y} \left( \frac{\sigma_{yy}(y,t)}{2} \frac{\partial \varepsilon_{yy}(y,t)}{\partial y} \right) \left( x^2 - \frac{l(y,t)^2}{4} \right) \quad (8)$$

Les équations (7) et (8) montrent que les champs de déplacements doivent être dérivés plusieurs fois (entre une et trois fois) pour obtenir les contraintes, ce qui souligne l'intérêt d'un lissage approprié du déplacement. Ces hypothèses permettent d'accéder à toutes les composantes du champ de contraintes planes, en chaque point de la zone d'étude. Les trois composantes du tenseur des contraintes ont ainsi été calculées pour l'ensemble des essais effectués dans ce travail. Les composantes  $\sigma_{xy}$  et  $\sigma_{xx}$  correspondent au maximum à 5 % de la composante de traction  $\sigma_{yy}$  et ont ainsi été négligées dans les calculs des énergies de déformation.

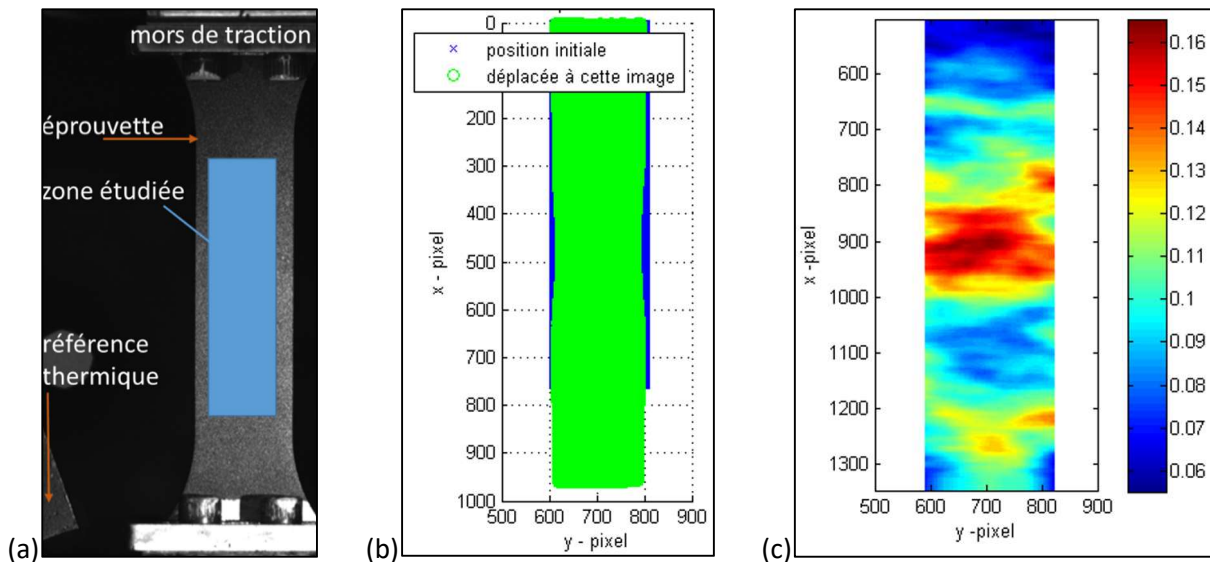


Figure 96 : (a) éprouvette d'épaisseur 2 mm en 316L : en position de test avec zone d'étude CIN indiquée / (b) positions initiales et déplacées des pixels en essais / (c) cartographie de déformations  $e_{yy}$  de Green-Lagrange, après plastification et en configuration initiale

### 1.1.3 Imagerie thermique

Une caméra thermique FLIR Titanium SC7000 est utilisée, équipée d'un capteur infra-rouge et d'un objectif de 50 mm, dont les caractéristiques principales sont : taille du capteur de 512\*640 pixels, taille de pixel de  $15 \mu\text{m}^2$ , gamme spectrale entre 1,5 et 5,1  $\mu\text{m}$ , taux de transfert plein format de 100Hz pour un codage sur 14 bits.

Les enregistrements sont réalisés *a minima* une heure après la mise en route de la caméra afin d'atteindre le régime établi. Les surfaces environnantes susceptibles de réfléchir le rayonnement infrarouge (mors de la machine de traction, ...) sont couvertes de papier absorbant de forte émissivité. Les rayonnements extérieurs sont supposés stables, et sont pris en compte en raisonnant sur les variations de température entre la température actuelle et la température initiale (l'échantillon étant supposé être alors à l'équilibre thermique avec son environnement) [185]. L'émissivité de l'éprouvette, peinte en noir, est évaluée à 0,96, valeur proche de 1 [99].

Pendant le test, un échantillon de référence, également peint en noir, est placé dans le cadre de la caméra (voir *Figure 96-a*) afin de prendre en compte les variations de température de l'environnement. On introduit ainsi le déséquilibre thermique entre l'échantillon et l'environnement de la manière suivante :

$$\theta_{\text{corrigé}}^{ep} = (T^{ep} - T_0^{ep}) - (T^{ref} - T_0^{ref}) = \theta^{ep} - \langle \theta^{ref} \rangle \quad (9)$$

où  $T^{ep}$  représente la température en un point de l'échantillon à un instant  $t$  donné,  $T_0^{ep}$  la température initiale en ce point,  $T^{ref}$  la température moyenne de l'éprouvette de référence à l'instant  $t$  et enfin  $T_0^{ref}$  la température moyenne de l'éprouvette de référence à l'instant initial.

Un étalonnage de chaque pixel est réalisé afin de tenir compte des réponses spécifiques de chacun des pixels. Cet étalonnage consiste à transformer les niveaux informatiques de chaque pixel en valeur de température, et également de localiser les pixels défectueux. Cet étalonnage consiste à [185] :

**1.** imposer plusieurs champs de températures homogènes (à des valeurs  $T_{CN}^k$ ) dans la gamme correspondant à l'essai par le biais d'un corps noir étendu de laboratoire (*SR 80-4A* de marque *CI Systems*), et enregistrer les rayonnements infrarouges numérisés par la caméra infrarouge.

**2.** réaliser, pour chaque pixel de coordonnées  $(i,j)$ , une approximation polynomiale des différents niveaux informatiques  $NI(i,j,k)$  mesurés par la caméra en ce pixel pour les différentes températures du corps noir  $T_{CN}^k$  :

$$T(i,j,k) = \sum_{l=0}^{l=n} a_l(i,j) * NI^l(i,j,k) \quad (10)$$

**3.** déterminer les « mauvais pixels » dont la réponse s'écarte trop des valeurs du corps noir pour le  $k^{\text{ième}}$  niveau de température et de la valeur moyenne *via* 2 critères (avec  $\bar{T}_{CN}^k$  la moyenne des températures calculées de tous les pixels pris en compte) :

$$\begin{cases} |T(i,j,k) - T_{CN}^k| > 0,1 \text{ } ^\circ\text{C} \\ |T(i,j,k) - \bar{T}_{CN}^k| > 0,04 \text{ } ^\circ\text{C} \end{cases} \quad (11)$$

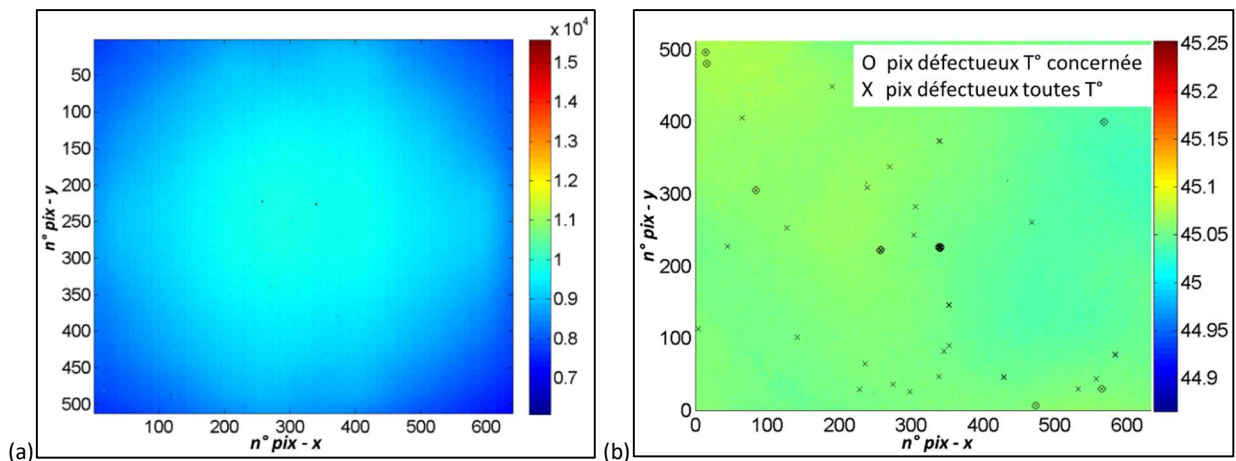


Figure 97 : carte totale de la caméra : (a) niveaux informatiques de tous les pixels à une température du corps noir de 45°C / (b) température approximée et pixels défectueux déterminés

Lors du traitement des données d'essais thermomécaniques, afin de pouvoir utiliser des méthodes de lissage performantes, il est préférable de travailler sur des grilles de pixels régulières. Les mauvais pixels

étant désormais connus, il a ainsi été décidé de remplacer leurs valeurs avant le lissage par des valeurs obtenues par un lissage préalable local (de degré 1), en moyennant les valeurs des pixels environnant (pas de 2 pixels).

## **1.2 Traitement des données**

### **1.2.1 Synchronisation temporelle**

Il est nécessaire d'associer à chaque image, *CCD* ou *IR*, les grandeurs mécaniques globales (déplacement traverse et force axiale) imposées à la frontière de l'échantillon par la machine.

Les deux caméras possèdent un mode de pilotage à partir d'impulsions envoyées par un dispositif externe (mode « *trigger* »). Ce mode a été choisi pour assurer la synchronisation des acquisitions des deux caméras de telle sorte qu'à chaque image prise par la caméra *CCD* corresponde une image prise par la caméra *IR*. L'ensemble des acquisitions (images et données mécaniques) est piloté à l'aide du système *Synchrocam* piloté sous *Labview*. Ce dispositif est utilisé pour déclencher les acquisitions des images caméras selon une fréquence voulue. Au déclenchement de chaque essai, un ordre de démarrage d'acquisition est envoyé à *Synchrocam* par la machine d'essais *MTS*. Le système *Synchrocam* envoie ensuite le signal d'acquisition aux deux caméras selon la fréquence d'acquisition choisie.

Les caméras utilisent des temps d'intégration différents pour s'adapter aux rayonnements émis par l'échantillon dans les deux bandes spectrales et aux différences de sensibilité des capteurs. Par ailleurs, elles possèdent chacune leur propre temps de déclenchement. Pour ces raisons, les images ne sont pas parfaitement « synchrones », même si l'envoi des ordres d'acquisition l'est. On considère qu'une image est acquise à l'instant correspondant au milieu de l'intégration de la caméra et que le déphasage entre l'envoi du signal de déclenchement, et le début effectif de l'acquisition est constant pour chaque caméra sur la durée de l'essai.

Pour les tractions monotones, réalisées à des vitesses de déformations de l'ordre de  $10^{-2}$ /sec, ces décalages peuvent être négligés car ils correspondent à des incréments de sollicitation très petits devant la sollicitation elle-même. Un recalage « simple » est ainsi réalisé entre les données machine *MTS* et les données *Synchrocam*, ce qui permet d'associer une force à chaque instant capturé, donc à chaque couple de photos. La fréquence d'acquisition est choisie afin de décrire convenablement les phénomènes. A une vitesse de traction de 0,1 mm/sec, une fréquence de 4 Hz est choisie, permettant de bien décrire le début de l'essai. Après plastification, une photo sur six est gardée afin d'observer l'écrouissage tout en limitant la durée de traitement.

Par contre pour des essais cycliques, dès que les périodes de cyclage deviennent de l'ordre de grandeur des décalages (typiquement à partir de quelques dizaines de Hz), ces derniers doivent être pris en compte. Pour la caméra *CCD*, on utilise alors des temps d'intégration inférieurs à 2% de la durée d'une période mécanique afin d'éviter de flouter les images (voir *Figure 98-a*). La caméra *IR* nécessite des temps d'intégration plus élevés compte-tenu des variations de température que l'on souhaite observer, et le temps d'intégration est généralement défini à environ 5% de la durée d'une période mécanique (voir *Figure 98-a*).

De plus, devant la durée des essais, il est décidé d'effectuer un sous-échantillonnage afin de reconstruire un cycle caractéristique à partir de plusieurs cycles consécutifs. Ainsi, il faut définir le couple de fréquence de sollicitation/fréquence d'acquisition permettant de reconstruire « au mieux » un cycle mécanique, tout en minimisant les données acquises, stockées. L'exemple *Figure 98-b* montre que pour une sollicitation de 20 Hz, une acquisition caméra de 14,1 Hz permet, en théorie, de décrire assez finement un cycle sinusoïdal, alors que ce n'est pas le cas à 14,0 Hz.

Ainsi, il a été choisi de mener les essais de cyclage à une sollicitation de 20 Hz, avec une acquisition caméras de 14,1 Hz, pour un temps d'intégration de 800  $\mu$ s pour la caméra *CCD* et de 1000  $\mu$ s pour la caméra *IR*.

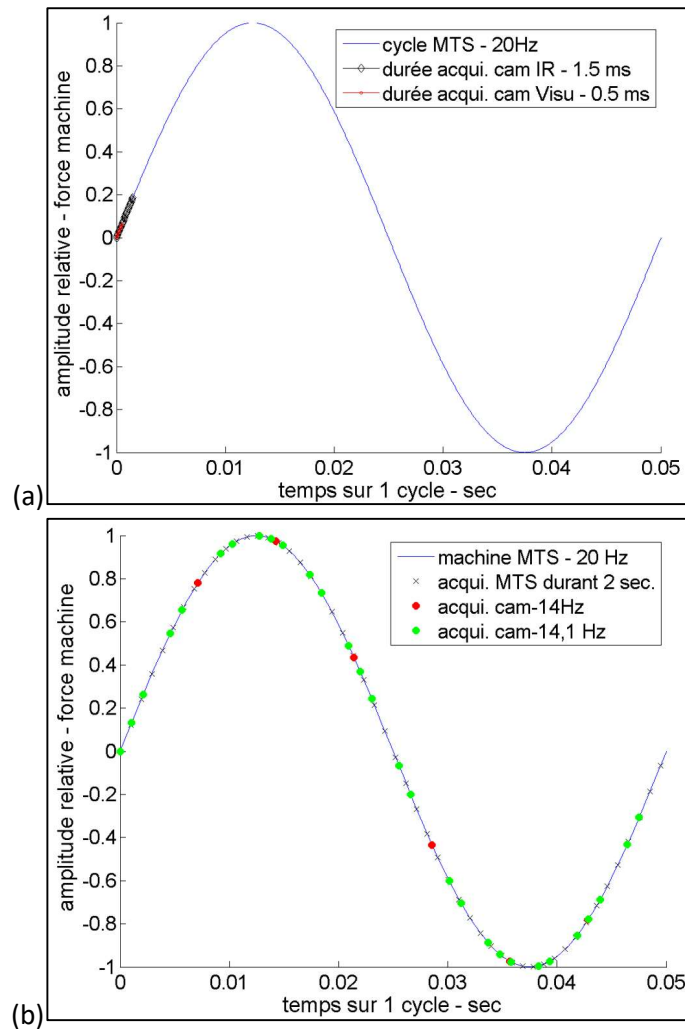


Figure 98 : évolution relative d'un cycle mécanique : (a) impact du temps d'intégration sur la durée de la scène observée / (b) adéquation fréquence machine et fréquence acquisition des caméras

Il arrive parfois que le déclenchement initial de la caméra *IR* soit avancé, retardé, ou bien que des acquisitions de photos ne soient pas réalisées à certaines impulsions *Synchrocam*, ou soient simplement retardées d'une valeur inférieure à la période d'impulsion. La cause est probablement due à l'électronique de la caméra, et aussi à des courants parasites. Ainsi, les photographies *CCD* et *IR* peuvent ne pas correspondre ou simplement être décalées dans le cycle.

Connaissant ces contraintes matériel, les déphasages entre les différents signaux (données mécaniques, images visibles et images *IR*) sont estimés selon les étapes suivantes :

**1.** Les temps d'impulsions *Synchrocam* sont calés sur les données de la machine MTS.

A chaque impulsion, correspondant à un couple d'images, sont alors connues les valeurs de force / de déplacement / et de temps de la machine – à quelques centièmes de seconde près.

**2.** On vérifie qu'il n'y a pas de saut d'acquisition d'images, le cas échéant, on le prend en compte dans le traitement en considérant l'absence d'information à l'instant correspondant, et en décalant les numéros d'acquisition.

Ces deux premières étapes suffisent pour les essais de traction monotones, alors que les étapes suivantes sont nécessaires pour les essais de cyclage.

**3.** Pour chaque type d'image (visible/*IR*), le déplacement du mors mobile de la machine de traction (en ayant pris soin de le placer dans les champs de vision des caméras comme montré en *Figure 96-a*) est mesuré par corrélation d'images, en utilisant un *subset* de corrélation placé sur le mors mobile. On détermine ainsi le déplacement relatif à chaque image à partir d'une information contenue dans l'image. On peut ainsi déterminer le déphasage éventuel entre ce déplacement et celui associé aux données mécaniques, elles-mêmes associées à l'image.

4. Sur un intervalle de temps correspondant à la totalité des images acquises, on réalise une interpolation linéaire entre les déplacements mesurés par chaque caméra (suivant la méthode présentée au point 3.), et le déplacement de la machine. On détermine ainsi le déphasage minimisant l'écart entre le déplacement issu des données mécaniques et celui issu du traitement d'images. De ce fait, on peut associer à chaque photographie un temps précis du cycle machine. Le décalage temporel des deux photos d'un couple est alors connu.

5. On modélise le cycle de force/déplacement machine via des fonctions sinusoïdales, ce qui nous permettra ensuite de modéliser le déplacement aux temps caméras.

### 1.2.2 Recalage spatial

Afin de suivre chaque point matériel et lui faire correspondre une température au cours du temps, il est nécessaire de connaître le déplacement de chaque pixel de la caméra IR. Une correspondance spatiale entre les pixels CCD, dont le déplacement est connu par la CIN, et les pixels IR est réalisée. On travaille sur des tôles minces, de sorte que l'on peut supposer que le déplacement dans le plan est identique de part et d'autre de l'échantillon [203]. De ce fait, le point de surface observé par la caméra CCD se déplace à l'identique du point de surface observé par la caméra IR, symétrique par rapport au plan de l'éprouvette. Une correspondance en espace est réalisée afin de faire correspondre les coordonnées IR ( $x_{IR}, y_{IR}$ ) aux coordonnées visuelles ( $x_{CCD}, y_{CCD}$ ). On détermine les paramètres de la transformation décrivant les coordonnées dans le repère IR à partir de celles dans le repère CCD, à l'aide d'une cale :

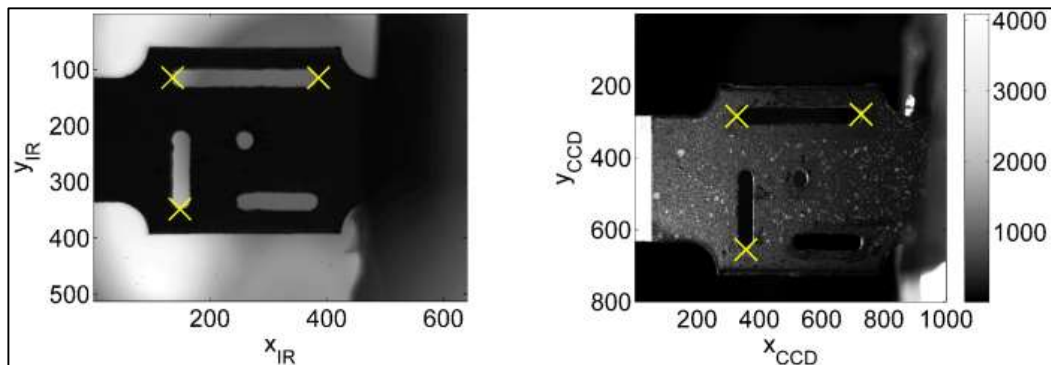


Figure 99 : acquisition d'une image de la cale par les deux caméras permettant d'effectuer leur correspondance spatiale

La correspondance entre les données caméras permet alors de connaître les champs de température « lagrangiens » (après prise en compte du mouvement) ou « eulériens » (directement observés par la caméra infrarouge).

### 1.2.3 Traitement des données IR

La finalité des traitements est la détermination des sources de chaleur responsables des variations de température de l'échantillon et l'établissement de bilans d'énergie.

La source globale se calcule à partir de la résolution de l'équation de la chaleur dont l'obtention et la simplification sont présentées au §IV.1.3.2. Elle fait intervenir la température, sa dérivée temporelle, son gradient et son Laplacien. De ce fait, les champs de températures bruts mesurés par la caméra (eulériens et bruités), doivent être traités afin de pouvoir appliquer les opérateurs mathématiques présents dans l'équation de la chaleur.

Les différentes étapes menant à des données exploitables sont ainsi :

1. Les niveaux informatiques des images IR (associés au rayonnement reçu par la caméra) sont convertis pour chaque pixel en température (exprimée en degrés Celsius) via l'étalonnage fait sur corps noir. Pour obtenir le déséquilibre thermique avec l'environnement, on soustrait à cette température la température d'ambiance, comme explicité §IV.1.1.3.

2. Le déplacement en chaque pixel CCD obtenu par CIN est modélisé aux temps recalés des photos IR. Le modèle utilisé a pour fonction celle déterminée lors de la modélisation du déplacement machine, au point .5 du §IV.1.2.1.

**3.** A chaque pixel *CCD* dont le déplacement est modélisé, est appliquée une correspondance à un pixel *IR*, et donc une température, selon le recalage spatial défini au §IV.1.2.2.

On définit la variation de température  $\theta = T - T_0$ , avec  $T_0$ , la température d'équilibre de la salle de test mesurée sur l'éprouvette de référence.

**4.** Tout comme le champ de déplacement  $u_{exp}(x_i, y_j, t_k)$ , le signal de température  $\theta_{exp}(x_p, y_q, t_r)$  doit être lissé afin d'appliquer les opérateurs de l'équation de la chaleur. Les matrices de température sont lissées dans le temps et dans l'espace. Ce lissage est effectué par une approche de type moindres carrés linéaire. Les coefficients des fonctions d'approximation retenues sont déterminés localement (en chaque pixel de l'image) à partir des valeurs des températures d'un ensemble de pixels situés dans un « voisinage spatial et temporel » du point traité dont les dimensions sont définies par des pas de lissage spatial (nombre de pixels à prendre en compte dans chaque direction de l'image) et temporel (nombre d'images à prendre en compte autour de l'instant courant « recalé »). Le choix des pas de lissage impacte grandement les résultats. Ils sont détaillés selon le type d'essai au §IV.1.5.

La fonction d'approximation,  $\theta_{app}(x, y, t)$ , est choisie à variables séparables en espace et en temps (polynômes en espace et polynômes plus fonctions harmoniques en temps).

Pour les essais de traction monotone, on choisit une combinaison de polynômes de degré 2 en temps et  $P_k(x, y) = a_{kij}x^i y^j$  des polynômes de degré 2 en espace :

$$\theta_{app}(x, y, t) = P_2(x, y)t^2 + P_1(x, y)t + P_0(x, y) \quad (12)$$

Dans le cas des essais cyclés de type fatigue, on intègre de plus une part harmonique, avec  $f_s$  la fréquence de sollicitation :

$$\theta_{app}(x, y, t) = \underbrace{P_1(x, y)t + P_2(x, y)}_{part\ polynomiale} + \underbrace{P_3(x, y) \cos(2\pi f_s t) + P_4(x, y) \sin(2\pi f_s t)}_{part\ harmonique} \quad (13)$$

Ainsi en cyclage, afin de tenir compte du contenu spectral propre à chaque source, la fonction se décompose en une partie linéaire en temps (degré 1 sur la part polynomiale) prenant en compte le caractère dissipatif, et une partie périodique battant à la pulsation mécanique prenant en compte les effets thermoélastiques. La partie linéaire prend également en compte les possibles dérives de début d'essai et les possibles dérives de la température d'équilibre. Les contributions des harmoniques d'ordre supérieur ne sont pas retenues dans cette analyse.

On obtient ainsi, pour chaque acquisition *IR*, les matrices des températures lissées, celles des dérivées secondes selon les deux directions de l'image (dans la configuration actuelle) et celle de la dérivée temporelle. Par ailleurs, une fois ces paramètres identifiés, la fonction d'approximation donne directement l'évolution de la température sur un cycle de sollicitation pour l'intervalle étudié.

En cyclage, la décomposition de la température entre un terme linéaire et un terme sinusoïdal permet la séparation du calcul des sources sur un cycle complet.

### **1.3 Calcul des sources**

#### **1.3.1 Equation de la chaleur**

Le détail de la méthodologie et des équations présentées ici se trouve dans de précédents travaux du *LMGC* [99][185], l'essentiel est rappelé ici. On se place dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles, autour d'états d'équilibre successifs. L'équation de la chaleur et ses simplifications locales sont déterminées par le biais des concepts généraux de la thermodynamique [109][244]. La combinaison du premier et du second principe de la thermodynamique mène à l'équation locale de la chaleur. Sous l'hypothèse des Petites Perturbations, cette équation s'écrit :

$$\rho C \dot{T} - \text{div}(\underline{k} \overrightarrow{\text{grad}} T) = r_e + \left( \sigma - \rho \frac{\partial \psi}{\partial e} \right) : \dot{e} - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha} \dot{\alpha} + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial e} : \dot{e} + \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \alpha} : \dot{\alpha} \quad (14)$$

La partie de gauche est constituée d'opérateurs différentiels appliqués à la température.



Le premier terme définit la capacité du matériau à stocker de la chaleur (son « inertie thermique »),  $\rho$  étant la masse volumique et  $C$  la capacité calorifique. Le second représente les pertes par conduction avec  $\underline{k}$  le tenseur de conductivité thermique.

La partie de droite regroupe les différentes sources de chaleur (en  $W/m^3$ ) responsables des variations de température dans le milieu.

$r_e$  est le terme source représentant la source volumique de chaleur d'origine extérieure. Les autres termes de droite représentent les sources internes, dont la somme est notée  $s_{tot}$ .  $\psi$  représente le potentiel d'énergie libre, dépendant des variables d'état retenues. On choisit en général la température  $T$ , la déformation  $e$  et un ensemble de variables internes (résumant l'ensemble des autres grandeurs gouvernant les différents états microstructuraux) stocké dans le vecteur  $\alpha$ . On définit classiquement la dissipation intrinsèque  $d_1$ , les sources de couplage thermo-élastique  $s_{the}$ , et les autres sources (internes) de couplage  $s_{ic}$  :

$$\begin{cases} d_1 = \left( \sigma - \rho \frac{\partial \psi}{\partial e} \right) : \dot{e} - \rho \frac{\partial \psi}{\partial \alpha} \dot{\alpha} \\ s_{the} = \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial e} : \dot{e} \\ s_{ic} = \rho T \frac{\partial^2 \psi}{\partial T \partial \alpha} : \dot{\alpha} \end{cases} \quad (15)$$

Plusieurs hypothèses sont couramment retenues pour simplifier le problème inverse de détermination des sources de chaleur. La première est que la masse volumique et la chaleur spécifique sont des constantes, indépendantes de l'état. La source de rayonnement extérieure  $r_e$  est considérée constante au cours de l'essai. Elle peut donc être déterminée à l'instant initial si le système est à l'équilibre thermique. En effet, dans un système isotrope à l'équilibre thermique, à la température de la pièce  $T_0$ , ce terme est égal à  $-k\Delta T_0$ , la perte par conduction. Enfin, il est supposé que la variation de la température induite par le chargement mécanique ne va pas induire un changement de microstructure solide-solide, de sorte que  $s_{ic} = 0$ .

On obtient la forme simplifiée de l'équation locale de chaleur suivante :

$$\rho C \frac{\partial \theta}{\partial t} - k \Delta_3 \theta = s_{tot} = d_1 + s_{the} \quad (16)$$

On présente donc ici la source totale  $s_{tot}$  comme la somme des sources dissipative et thermoélastique.

### 1.3.2 Simplification de l'équation

La détermination des sources se fera donc ici par résolution de l'équation de la chaleur. L'équation (16) montre que la source de chaleur  $s_{tot}$  peut être obtenue directement en appliquant les opérateurs différentiels  $\partial/\partial t$  et  $\Delta_3 = \partial^2/\partial x^2 + \partial^2/\partial y^2 + \partial^2/\partial z^2$  au déséquilibre thermique  $\theta$ . Compte-tenu de la faible épaisseur des échantillons au regard de la longueur de diffusion, on peut considérer que la température de surface est très proche de la température dans l'épaisseur. En intégrant l'équation dans l'épaisseur [99][183], on obtient l'équation de la chaleur 2D :

$$\rho C \left( \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t} + \frac{\bar{\theta}}{\tau_{2D}} \right) - k \Delta_2 \bar{\theta} = \bar{s}_{tot} = \bar{d}_1 + \bar{s}_{the} \quad (17)$$

où  $\bar{X}$  représente la moyenne de la quantité  $X$  dans l'épaisseur,  $\tau_{2D}$  le temps caractéristique des fuites thermiques par convection/rayonnement sur les faces avant et arrière de l'échantillon, et  $\Delta_2$  l'opérateur Laplacien dans le plan  $(x,y)$  :  $\Delta_2 = \partial^2/\partial x^2 + \partial^2/\partial y^2$ . L'équation (17) montre alors que les sources de chaleur moyennes dans l'épaisseur  $\bar{s}_{tot}$  peuvent être complètement déterminées par la connaissance des températures de surface puisqu'elles sont très proches de  $\bar{\theta}$ .

En intégrant à nouveau l'équation (17) dans les directions  $x$  puis éventuellement  $y$ , on accède aux écritures de l'équation de la chaleur 1D et 0D. Comme pour le cas 2D, ces simplifications se justifient pour des distributions de sources (et des températures) homogènes dans les directions  $x$  et  $y$ .

Ces écritures simplifiées font apparaître les constantes de temps  $\tau_{1D}$  et  $\tau_{0D}$  associées respectivement aux équations 1D et 0D. Ces constantes de temps sont caractéristiques de la géométrie et des conditions d'échange à la surface de l'échantillon. Elles sont évaluées par l'expérience selon le principe explicité dans l'annexe 3 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Le cas simplifié 1D de l'équation locale de la chaleur est présenté ci-dessous, il s'écrit sur éprouvette rectangulaire à fût constant, avec  $\tau_{1D}$  sa constante de temps :

$$\rho C \left( \frac{\partial \bar{\theta}}{\partial t} + \frac{\bar{\theta}}{\tau_{1D}} \right) - k \frac{\partial^2 \bar{\theta}}{\partial y^2} = \bar{s}_{tot} = \bar{d}_1 + \bar{s}_{the} \quad (18)$$

B. Berthel a montré que le passage du 2D à une dimension inférieure s'accompagne d'une sous-estimation des puissances [8]. On pourra comparer deux éprouvettes différentes, mais on s'écartera de la « vraie » mesure de dissipation.

La simplification 0D est écartée car elle est associée à une hypothèse d'homogénéité de sources de chaleur dans tout l'échantillon, ce qui n'est pas compatible avec les observations cinématiques. Ces observations montrent des localisations sensiblement constantes suivant la largeur de l'éprouvette, ce qui justifie le choix des approches 1D ou 2D. L'estimation des pertes par conduction dans la largeur de l'échantillon est très délicate du fait de la petite dimension. En conséquence, l'analyse 1D a été choisie. De plus, visible en Figure 104, les cartes de dissipation-1D, plus lissées, permettent de mettre en valeur la correspondance énergétique de manière plus claire.

### 1.3.3 Séparation des sources

#### 1.3.3.1 Cas des essais monotones

Dans le cas d'un comportement thermo-élasto-plastique, avec  $\alpha_d$  le coefficient de dilatation linéaire du matériau,  $T_0$  la température absolue d'ambiance et  $\dot{\sigma}$  la dérivée temporelle du tenseur de contraintes, la source thermoélastique peut être décrite par [109] :

$$s_{the} \approx -\alpha_d T_0 \text{tr}(\dot{\sigma}) \quad (19)$$

Dans le cas d'une sollicitation uni-axiale sur une éprouvette de faible épaisseur, la trace de l'équation (19) peut être obtenue en sommant les dérivées temporelles des équations (6) et (8).

Sous les hypothèses énoncées plus haut, l'ensemble des grandeurs introduites dans l'équation (19) est ainsi accessible sur le plan expérimental, ce qui permet de déterminer la source thermoélastique en chaque point de l'échantillon et en chaque instant de l'essai. Pour un comportement élasto-plastique, tant que le seuil de plasticité n'a pas été atteint (par exemple, au début d'essai de traction), la source totale ne comporte pas de part dissipative mais uniquement une contribution thermoélastique, la source thermoélastique peut alors s'estimer comme la source totale calculée avec l'équation de la chaleur :

$$s_{the} \approx s_{tot} \quad (20)$$

Ces deux estimations de la source thermoélastique doivent donner des résultats proches.

Après le début de la plastification, la soustraction de la source thermoélastique  $s_{the}$  à la source totale donne accès à la dissipation intrinsèque,  $d_1$ . La Figure 100 montre les différents types de sources de chaleur ainsi définis [185] : le début d'essai de traction se fait sans dissipation intrinsèque (tant que le matériau ne plastifie pas, la source est uniquement d'origine thermoélastique), alors que la source totale est majoritairement d'origine dissipative après plastification.

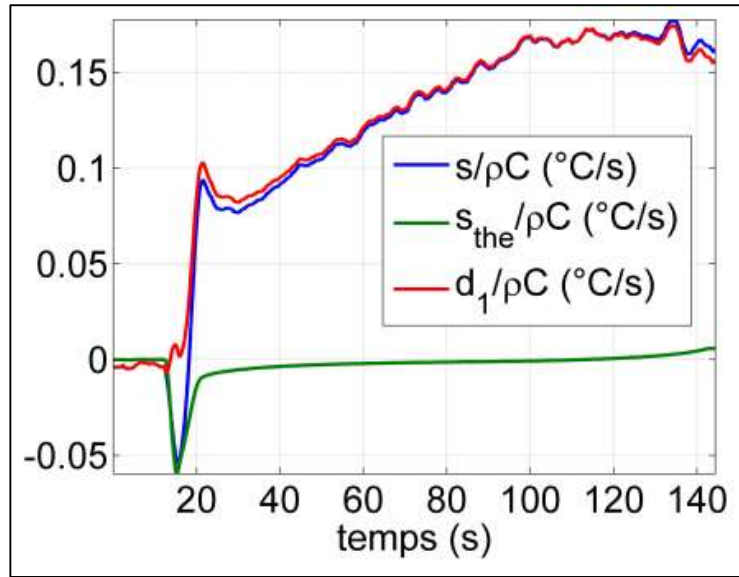


Figure 100 : sources de chaleur calculées suite à un essai de traction sur acier [185]

### 1.3.3.2 Cas des essais cyclés

Les essais cyclés (par paliers ou de fatigue) sont traités différemment car les mesures thermiques sont sous-échantillonnées par rapport à la sollicitation mécanique. La sollicitation est périodique à fréquence  $f_s$ , de contrainte moyenne  $\sigma_m$  et d'amplitude  $\Delta\sigma$  au palier concerné, s'écrivant sous la forme :

$$\sigma = \sigma_m + \Delta\sigma \sin(2\pi f_s t) \quad (21)$$

Lors de l'étape du traitement des données IR présenté au §IV.1.2.3, l'évolution de la température est lissée et modélisée en considérant deux contributions, ce qui permet, compte-tenu du caractère linéaire de l'équation de la chaleur, de la scinder en deux parties, associées respectivement à la thermoélasticité et à la dissipation intrinsèque. La partie sinusoïdale est utilisée pour modéliser l'apport de la source thermoélastique, d'évolution rapide, alors que la partie linéaire décrit la contribution, plus lente, de la source dissipative et des échanges thermiques :

$$\theta_{total}(x_i, y_j, t_k) = \theta_{the}(x_i, y_j, t_k) + \theta_{d1}(x_i, y_j, t_k) \quad (22)$$

Sans dégradation du réseau cristallographique, l'énergie associée à la source thermoélastique cumulée sur un cycle est nulle. La modélisation de la température a été définie en ce sens. L'évolution de la température due aux phénomènes dissipatifs, lente en comparaison de l'évolution induite par les phénomènes thermoélastiques, est croissante.

L'équation (19) montre que la source thermoélastique est proportionnelle à la dérivée temporelle de la contrainte. En conséquence l'intégration de la source thermoélastique sur un cycle piloté en contrainte est nulle. De plus la variation de température associée à cette source doit posséder deux contributions : une première, basse fréquence  $\theta_{the}^{transitoire}$ , liée au régime transitoire et une seconde harmonique  $\theta_{the}^{harmonique}$  qui doit battre à la même pulsation que la sollicitation :

$$\theta_{total}(x_i, y_j, t_k) = \theta_{d1}(x_i, y_j, t_k) + \theta_{the}^{transitoire}(x_i, y_j, t_k) + \theta_{the}^{harmonique}(x_i, y_j, t_k) \quad (23)$$

La modélisation de la température a été définie en ce sens : l'évolution de la température associée aux phénomènes dissipatifs et au régime transitoire, lente en comparaison de l'évolution induite par les phénomènes thermoélastiques, est prise en compte par le terme polynomial de l'équation (13) alors que celle associée à la thermoélasticité correspond au terme harmonique de cette équation. Aucune restriction n'est imposée *a priori* au terme polynomial qui peut donc être croissant ou décroissant. En appliquant l'équation de la chaleur au terme harmonique on obtient ainsi les sources de chaleurs associées à la thermoélasticité :

$$\rho C \left( \frac{\partial \theta_{harmonique}}{\partial t} + \frac{\theta_{harmonique}}{\tau_{1D}} \right) - k \frac{\partial^2 \theta_{harmonique}}{\partial y^2} = \overline{\overline{s_{the}}} \quad (24)$$

Par construction, cette grandeur est nulle en moyenne sur un cycle, et on s'intéresse en général à son amplitude. La dissipation intrinsèque est ensuite associée au terme :

$$\rho C \left( \frac{\partial \theta_{poly}}{\partial t} + \frac{\theta_{poly}}{\tau_{1D}} \right) - k \frac{\partial^2 \theta_{poly}}{\partial y^2} = \overline{\overline{d_1}} \quad (25)$$

On en déduit l'expression de la dissipation moyenne par palier  $\overline{\overline{d_1}}$ , sur un palier de durée  $t_{palier}$  :

$$\overline{\overline{d_1}} = \frac{1}{t_{palier}} \int_0^{t_{palier}} \overline{\overline{d_1}} d\tau \quad (26)$$

On déduit également l'énergie de dissipation moyenne par cycle par intégration de la puissance moyenne du palier considéré, sur la durée d'un cycle. Elle est notée  $\widetilde{w_{d1}}$  dans la suite :

$$\widetilde{w_{d1}} = \int_0^{t_{cycle}} \overline{\overline{d_1}} d\tau \quad (27)$$

Comme on l'a déjà précisé, la positivité de cette quantité n'est pas imposée *a priori*. L'amplitude des valeurs négatives relevées sur cette quantité constitue un indicateur de la précision de la mesure particulièrement facile à mettre en œuvre.

La Figure 101 présente les résultats obtenus pour un essai de cyclage par paliers sur une éprouvette 316L réalisée dans notre étude.

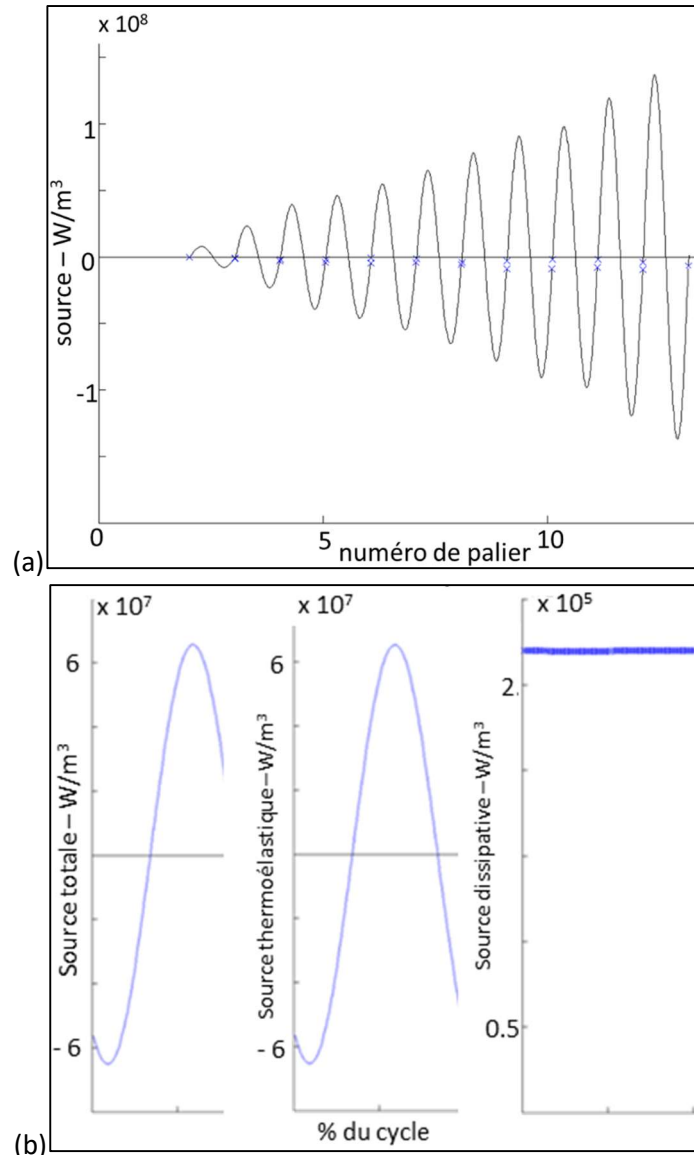


Figure 101 : essai de cyclage sur matériau 316L : (a) évolution de la source cyclique thermoélastique en moyenne sur la zone utile de l'éprouvette lors d'un essai de cyclage par paliers, à chacun des paliers / (b) séparation de la source totale en 2 sources au cycle n°7 de la figure-(a), après plastification

### 1.3.3.3 Ordres de grandeurs

Les sources thermoélastiques sont faibles durant les essais monotones car les variations de contraintes sont faibles, et très faibles après passage de la limite d'élasticité. Dans nos conditions d'essais et pour les matériaux étudiés, la source dissipative est de l'ordre de  $10^6 \text{ W/m}^3$ .

La *Figure 36* montre qu'en essais de cyclage sur acier au carbone [203], l'augmentation de la température induite par les phénomènes dissipatifs,  $\theta_{dissipatif}$  est de l'ordre de  $+ 3^\circ\text{C}$  en 180 secondes alors que l'amplitude de la variation de température due aux phénomènes thermoélastiques,  $\Delta\theta_{the}$ , est de l'ordre de  $0,4^\circ\text{C}$  et se produit à chaque période du cyclage mécanique. Concernant les ordres de grandeurs des sources en cyclage, la *Figure 101-b*, correspondant à un essai par paliers sur le 316L de ce mémoire, à un palier de niveau supérieur à la limite d'élasticité, montre que l'amplitude de la source thermoélastique est d'environ  $12 \cdot 10^7 \text{ W/m}^3$  sur un cycle, alors que la source dissipative moyenne sur un cycle, est beaucoup plus faible, de l'ordre de  $3 \cdot 10^5 \text{ W/m}^3$ .

Il est rappelé que les phénomènes d'endommagement et de plasticité, décrits au chapitre I, sont différents : en traction, l'endommagement par plastification se produit à l'échelle de l'éprouvette et son évolution est rapide. En cyclage, les phénomènes de fatigue peuvent être locaux, et évoluent lentement.

## 1.4 Bilans énergétiques

L'établissement de bilans d'énergie (énergie mécanique fournie, énergie stockée, chaleur mise en jeu, énergie dissipée, ...) permet de mieux caractériser le comportement thermomécanique du matériau. Au cours d'une sollicitation, l'énergie mécanique volumique totale fournie par la machine de traction, se scinde en une part récupérable à la décharge  $w_e$ , associée aux déformations élastiques réversibles, et une part non récupérable, associée aux phénomènes plastiques [195][243][245].

Pour une sollicitation quasi-statique à température ambiante, sur matériau élasto-plastique, en se plaçant dans le cadre des petites perturbations et en négligeant les déformations d'origine thermique, on introduit les énergies de déformation totale ( $w_{def}$ ), élastique ( $w_e$ ) et plastique ( $w_{pl}$ ).

La puissance « mécaniquement dissipée » (associée à la dissipation intrinsèque) correspond à la différence entre la puissance de déformation  $w_{def}^o$  et la somme des puissances élastiques  $w_e^o$  et stockées  $w_s^o$

$$d_1 = w_{def} - (w_e + w_s) = w_{pl} - w_s \quad (28)$$

Connaissant les tenseurs de contraintes et de vitesses de déformation dans une situation de contraintes planes, il est possible d'évaluer les énergies volumiques de déformation par intégration des puissances de déformation :

$$w_{def}(t) = \int_0^t (\sigma_{xx} \cdot \dot{\epsilon}_{xx} + 2 \cdot \sigma_{xy} \cdot \dot{\epsilon}_{xy} + \sigma_{yy} \cdot \dot{\epsilon}_{yy}) d\tau \quad (29)$$

Pour un comportement élasto-plastique, et en négligeant les contributions des composantes xx et xy du tenseur des contraintes, l'énergie élastique s'écrit :

$$w_e(t) \approx \frac{1}{2} \sigma_{yy}(t) \cdot e_{yy}^e \quad (30)$$

Ainsi, ayant déterminé  $d_1$  par le biais de l'équation de la chaleur, l'énergie stockée  $w_s$  est calculable.

L'exemple de la *Figure 102* compare le comportement de trois zones A, B et C observées à la surface de l'éprouvette lors d'un essai de traction [246]. Le matériau stocke autant en A et B, et plus en C lors de l'écrouissage. A partir du moment où la localisation commence à se développer, la zone de striction voit son énergie stockée diminuer, alors qu'elle reste stable pour les autres zones qui se relâchent élastiquement.

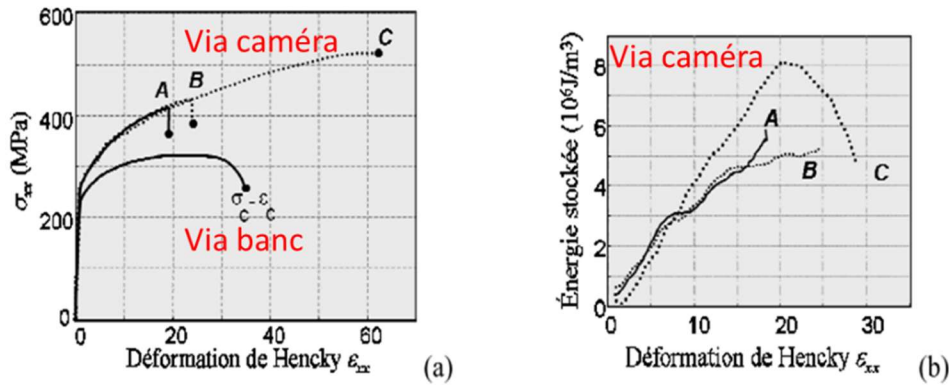


Figure 102 : essai de traction sur acier : (a) courbes mécaniques / (b) évolution de l'énergie stockée aux zones choisies (étude locale par CIN avec les caméras et globale avec le banc machine) [246]

Dans le cas d'essais cyclés, l'énergie stockée est calculée par cycle, quand ceux-ci sont stabilisés. Ce calcul est possible dans le cas d'une accommodation plastique décelable, c'est-à-dire dans le cas où une hystérésis est mesurable. L'aire  $A_h$  de cette hystérésis est équivalente à l'énergie  $\tilde{w}_{pl}$  de déformation plastique intégrée sur un cycle. L'énergie stockée intégrée sur un cycle,  $\tilde{w}_s$ , est obtenue en lui retranchant l'énergie dissipée intégrée sur un cycle  $\tilde{w}_{d1}$  :

$$\tilde{w}_s = \tilde{w}_{pl} - \tilde{w}_{d1} = A_h - \tilde{w}_{d1} \quad (31)$$

Les chargements de notre étude à rapport de contraintes positif  $R = 0,1$  ne permettent pas toujours l'apparition d'un phénomène d'accommodation, et donc l'observation d'une aire  $A_h$ . Dans ce cas, l'énergie stockée par cycle ne peut pas être déterminée.

Enfin, de même que pour l'énergie de déformation, on calculera les énergies dissipées moyennes accumulées depuis le début de l'essai par intégration dans le temps des puissances dissipatives :

$$\left\{ \begin{array}{l} w_{d1}(t) = \int_0^t \overline{d_1} dt \quad \text{en traction} \\ w_{d1}(t) = \sum_1^N \tilde{w}_{d1} * n_i \quad \text{cyclage avec } n_i \text{ cycles pour chaque palier } N_i \end{array} \right. \quad (32)$$

## 1.5 Choix des paramètres de lissage

Les paramètres de lissage influent sur les estimations des grandeurs cinématiques et calorimétriques. Les essais monotones se traitent plus rapidement que les essais cyclés. Ils permettent d'essayer rapidement plusieurs jeux de paramètres de lissage sur les données brutes. Le jeu de paramètres choisi doit assurer une cohérence avec la physique, et il doit permettre d'appréhender le comportement particulier du matériau. Ce jeu de paramètres est la base de ceux qui seront utilisés en cyclage.

### 1.5.1 Cas des essais monotones

La traction est effectuée à 0,1 mm / sec.

Le lissage des données cinématiques s'effectue dans le temps et dans l'espace avec des fonctions d'approximation linéaires en espace et en temps.

Selon le montage de la caméra CCD, les résolutions sont comprises entre 35 et 50  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ . Le pas de lissage en temps est pris égal à un pas de temps (égal à 0,25 s dans nos essais) en début d'essai pour assurer la bonne retranscription du passage du régime de déformation élastique au régime de déformation plastique. Un pas de lissage de 5 pas de temps (1,25 s) est ensuite utilisé. Des pas de lissage spatiaux de 5 ou 10 points de mesure donnent des résultats satisfaisants, permettant notamment de révéler les cordons de soudures lorsque ceux-ci sont sollicités perpendiculairement, sur les éprouvettes extraites verticalement. Le pas de lissage de 10 est conservé car il permet une meilleure restitution des hétérogénéités associées aux cordons, comme on peut l'observer sur les cartes d'énergie de déformation

plastique cumulée depuis le début de l'essai,  $w_{pl}$ , le cumul ayant une effet lissant, comme le montre la *Figure 105*. Les cumuls d'énergie au cours des essais seront étudiés par la suite.

Afin d'étudier les comportements locaux, 10 zones sont isolées : 5 présentant des niveaux élevés de déformation et 5 présentant des niveaux de déformation plus faibles (voir la *Figure 108* représentant l'énergie de déformation mesurée en début de plastification). Chacune des zones représente une surface de 1 mm de large par 0,25 mm de hauteur. Par la suite, on effectuera la moyenne des différentes énergies mises en jeu sur chacun de ces deux types de zones.

Pour le traitement des données *IR*, deux lissages sont effectués.

Le premier est le lissage de la température, réalisé en configuration lagrangienne après avoir effectué la correspondance spatiale avec les pixels de la caméra *CCD*, permettant leur suivi avec une résolution induite par le montage de 130 à 150  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  selon les configurations d'essai. Des pas de lissage spatiaux de 5 à 50 pixels ont été testés avec les polynômes de degré 2. Le second lissage est effectué en configuration eulérienne, afin de déterminer le Laplacien. Comme le montre la *Figure 103-a*, les énergies dissipées cumulées, moyennées sur la zone utile de l'éprouvette, sont les mêmes à partir d'un pas de lissage de 5 pixels pour la température et de 10 pour le Laplacien. Cependant, la *Figure 103-b* montre qu'avec un pas de lissage trop faible, l'énergie cumulée de dissipation calculée sur les zones hautement déformées est négative, ce qui est physiquement impossible. Ce résultat est dû à une mauvaise estimation du Laplacien de la température. En effet, ce phénomène disparaît pour des pas de lissage plus importants. Ainsi, le pas de lissage sélectionné est de 8 pixels pour le calcul du Laplacien, soit sur une longueur de  $\pm 1,04$  à  $1,20$  mm, afin de décrire convenablement la courbure générale, observable en traçant la température le long d'une génératrice.

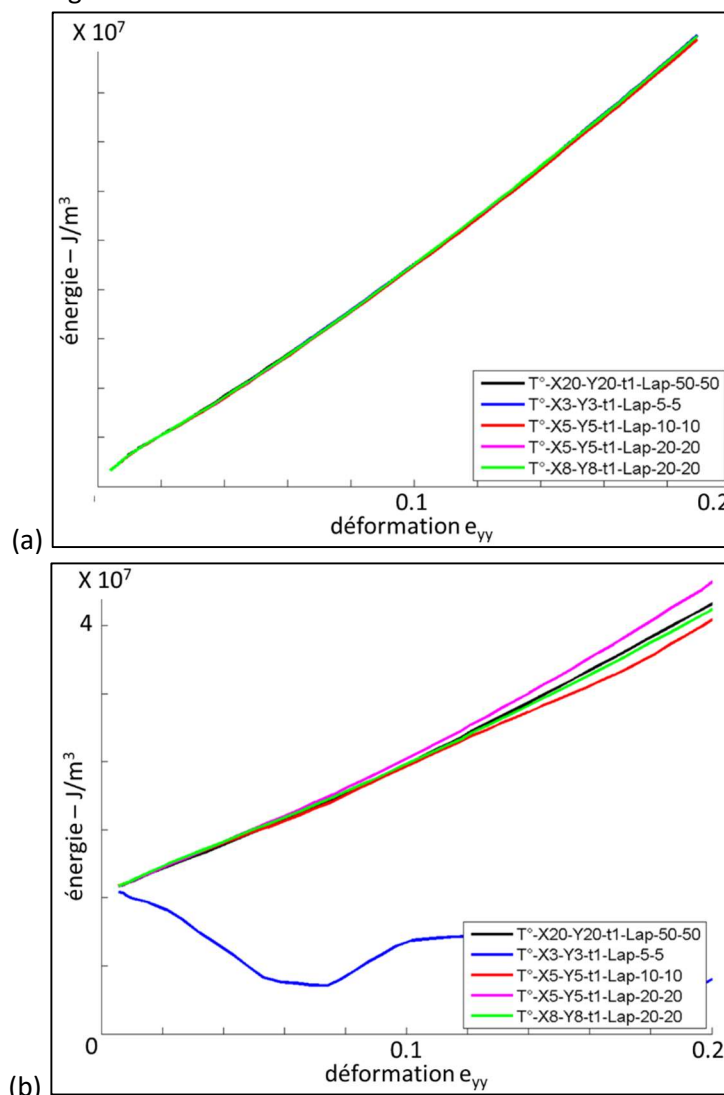


Figure 103 : énergie de dissipation intrinsèque cumulée  $w_{d1}$  selon les pas de lissages : (a) énergie moyenne de l'échantillon / (b) moyennée uniquement dans les zones de haute déformation

Sur les éprouvettes horizontales, il apparaît des zones présentant des énergies de déformation plus importantes, visibles sur les cartes  $w_{pl}$ , *Figure 104-a*, qui sont également observées sur cartes  $w_{d1}$ , *Figure 104-b-c*.

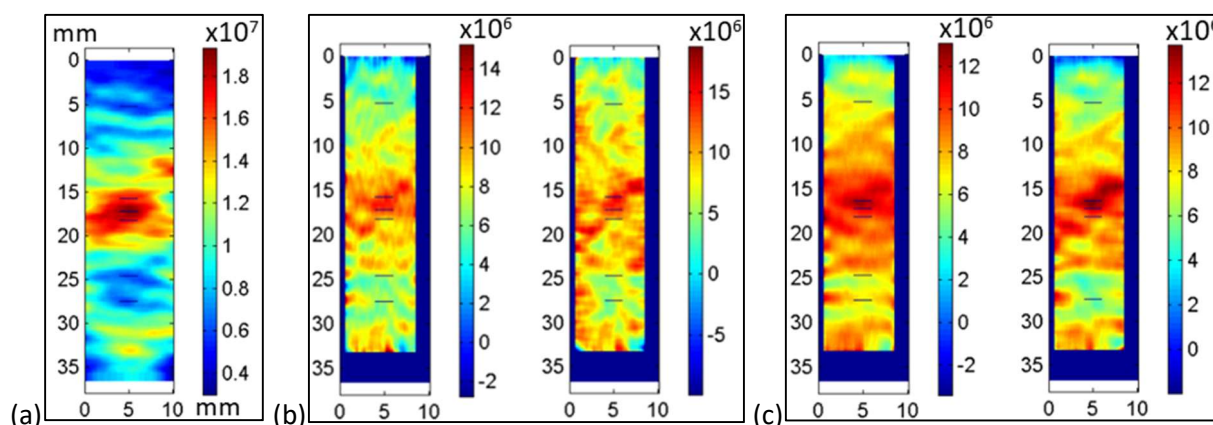


Figure 104 : éprouvette de Type-P1-TTH1-Horizontale en traction monotone : (a) énergie cumulée en J/m<sup>3</sup> à 400MPa :  $w_p$  / (b)  $w_{d1}$  avec lissage de température selon un pas de 8 et lissage du Laplacien selon un pas de 20 / (c) idem, mais lissage du Laplacien selon un pas de 50 - avec des calculs 1D (gauche) ou 2D (droite)

Elles permettent la comparaison entre un pas de lissage du Laplacien de 20 ou de 50 pixels. Les champs sont très similaires et on conservera le pas de 20 pixels associé au filtre présentant la fréquence de coupure la plus importante.

La *Figure 105-a* met en avant les correspondances énergétiques entre types d'énergie pour les éprouvettes horizontales. L'hétérogénéité des cordons alors verticaux n'est pas révélée par déformation le long de l'éprouvette. Pour les éprouvettes verticales, la correspondance entre motifs d'énergie de déformation et d'énergie de dissipation n'est pas observée, comme le montre la *Figure 105-b*. On peut notamment l'expliquer par la faible différence entre les énergies mises en jeu dans les zones hautement et bassement déformées. Afin d'augmenter la résolution sur l'énergie dissipée, qui est de faible amplitude, il pourrait être essayé d'acquérir à plus hautes fréquences de manière à mieux lisser le bruit. Il a ici été tenté d'augmenter la résolution spatiale en changeant les paramètres optiques. En passant d'une résolution de 130 à 30  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ , la correspondance entre énergies cumulées n'est toujours pas observée. Le traitement effectué ne permet pas d'observer des phénomènes dissipatifs locaux sur éprouvettes verticales.

Dans la suite de notre étude, en traction monotone l'énergie dissipée cumulée  $w_{d1}$  sera particulièrement suivie. Des analyses locales seront proposées pour permettre d'expliquer les hétérogénéités de comportements.



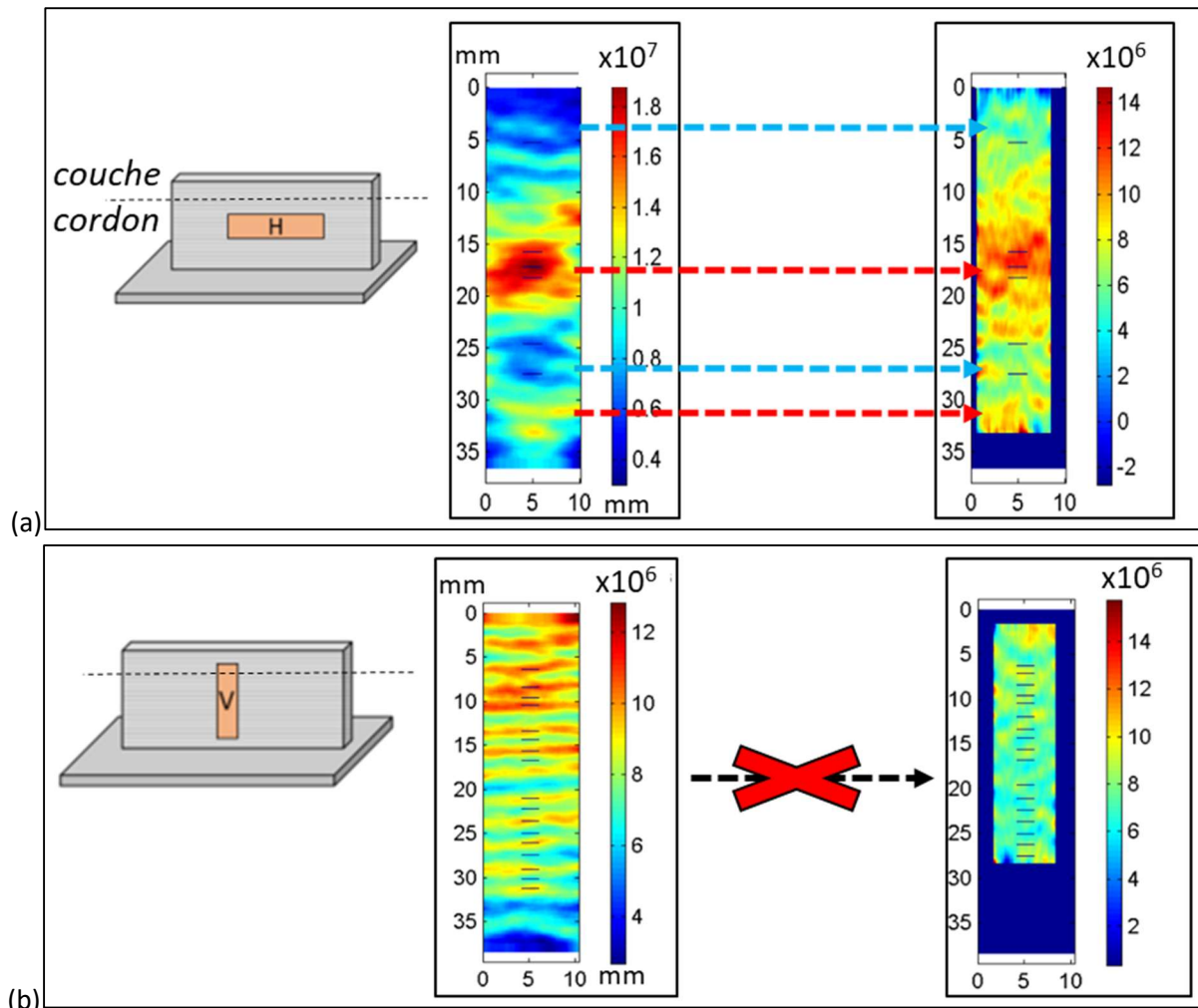


Figure 105 : éprouvettes Type-P2 inertées détensionnées : recherche de correspondance entre cartes  $w_{pl}$  (gauche) et  $w_{d1}$  (droite) : (a) éprouvette horizontale / (b) verticale

### 1.5.2 Cas des essais cyclés

Pour les essais cyclés, il est nécessaire d'utiliser suffisamment d'images pour reconstituer l'évolution temporelle des signaux. Ainsi, pour une fréquence de sollicitation mécanique de 20 Hz, et pour une fréquence d'acquisition de 14,1 Hz, le phénomène de thermoélasticité est correctement décrit si on utilise un pas de lissage temporel de 10 pour les images IR (voir §IV.1.2.1).

Les paramètres des lissages spatiaux cinématiques et thermiques sont identiques à ceux de la traction. Le pas de lissage du Laplacien est cependant ici choisi à 50 pixels du fait du plus faible rapport signal sur bruit.

En cyclage, J.Zghal a trouvé des corrélations entre les énergies moyennes par cycle et le nombre de cycles à rupture [193]. Il est décidé dans nos travaux de suivre la dissipation intrinsèque qui intègre les contributions de tous les mécanismes dissipatifs (endommagement, plasticité) développés au sein du matériau lors du cyclage. On suivra sa moyenne par cycle en essais de cyclage par blocs ou de fatigue,  $\bar{a}_1$  ou l'énergie par cycle  $\bar{w}_{d1}$ . Déjà évoquée, cette quantité à l'avantage d'être calculable sur des essais ne présentant pas de réponses mécaniques cycliques, comme nous l'avons observé dans nos essais à rapport R positif (cf. §IV.1.4).

## 2 Choix des jeux de paramètres

**Cette seconde partie présente pour chacune des deux familles de matériaux 316L et TA6V, les jeux de paramètres, détaillés au chapitre II traitant de la fabrication, choisis pour réaliser les murs d'où seront extraites les éprouvettes de caractérisation thermomécanique.**

## 2.1 316L

Suite aux analyses des microstructures obtenues, il est décidé de garder les murs Type-P1 et Type-P2 présentant des différences marquées, ainsi que la possibilité d'y extraire des éprouvettes par fraisage.

Il a également été décidé de comparer, pour le Type-P2, le comportement de matériaux fabriqués sans inertage et avec inertage (trainard et chambre remplie d'argon à 99,95%). Un traitement thermique de détensionnement à 550°C pendant 1h30, avec montée et descente progressive de température, est appliqué à tous les murs après fabrication et avant usinage. Un traitement thermique de mise en solution à 1150°C pendant 1h30, suivi d'une hypertrempe a été appliqué sur quelques murs de Type-P2 après le premier traitement à 550°C. Il permet de faire disparaître en partie le réseau ferritique, et ainsi par comparaison d'en comprendre l'impact.

Rappelons que pour les deux Types de murs fabriqués, les deux premières couches sont réalisées avec une même énergie linéique, et que la stratégie de construction est une stratégie en aller-retours. Les murs sont constitués en tout de 103 couches pour le Type-P1 et de 67 couches pour le Type-P2.

Le tableau ci-contre résume les différentes éprouvettes qui sont testées. Par la suite, les couleurs utilisées sont identiques dans tous les graphiques présentés.

<b>316L</b>			
<b>Type-P1 non inerté</b> TTH1 (550°C – 1h30)	<b>Type-P2 inerté</b> TTH1	<b>Type-P2 non inerté</b> TTH1	<b>Type-P2 inerté</b> TTH1 + TTH2 (1150°C – 1h30)

Tableau 16 : description des différents Types d'éprouvettes 316L utilisées pour les essais de caractérisation mécanique

Afin de comparer les caractéristiques mécaniques des matériaux fabriqués avec celles d'un matériau produit par laminage, des éprouvettes ont aussi été extraites d'une tôle laminée recuite en acier 316L.

## 2.2 TA6V

Suite aux analyses des morphologies et des microstructures obtenues, il est décidé de garder les murs Type-P3, présentant en particulier une morphologie régulière, qui facilite l'usinage d'éprouvettes d'essais mécaniques. Le traitement thermique appliqué aux murs après fabrication et avant usinage est un traitement de détensionnement réalisé à 550°C pendant 2h, avec montée et descente progressive de température. Sur certains des murs fabriqués, un traitement thermique à 1020°C pendant 2h est appliqué avant usinage afin de disposer d'éprouvettes de microstructures différentes, présentées au §2.2.2 du chapitre III.

A part les deux premières couches déposées, les couches suivantes, déposées avec une stratégie en aller-retours, sont toutes identiques et forment la majorité de la pièce avec en tout 31 couches pour ce Type-P3.

Le tableau ci-contre résume les traitements thermiques effectués sur les deux types d'éprouvettes en TA6V qui seront testées. Par la suite, les couleurs utilisées sont identiques dans tous les graphiques tracés.

<b>TA6V</b>	
<b>TTH1 (590°C – 2h)</b>	<b>TTH2 (1020°C – 2h)</b>

Tableau 17 : description des traitements thermiques effectués sur le matériau TA6V avant essais de caractérisation mécanique

## 3 Caractérisation thermo-mécanique du 316L

*Cette troisième partie présente les résultats de trois types d'essais réalisés sur les matériaux 316L. En traction, le comportement macroscopique des éprouvettes est d'abord présenté, puis à travers des cartes ou des courbes, le comportement local étudié permet de révéler des hétérogénéités de comportement. Les essais de cyclage par paliers sont dans un premier temps utilisés afin d'estimer la limite d'endurance des différents matériaux. Ils sont ensuite traités pour observer l'évolution de la cinétique de fatigue par augmentation de l'amplitude de charges, au travers des endommagements*

*révélés par l'évolution de la dissipation notamment. Une attention particulière est portée dans l'intervalle de contraintes utilisé en essais de fatigue. Pour tous ces essais, les analyses sont effectuées avec l'appui de caractérisations métallurgiques effectuées sur matériaux vierges ou ayant subi les tests.*

Pour toutes les courbes présentées par la suite, les résultats obtenus sur des éprouvettes extraites dans la direction verticale des murs sont représentés en traits pleins, et ceux obtenus à partir d'éprouvettes extraites dans la direction horizontale sont représentés en traits pointillés.

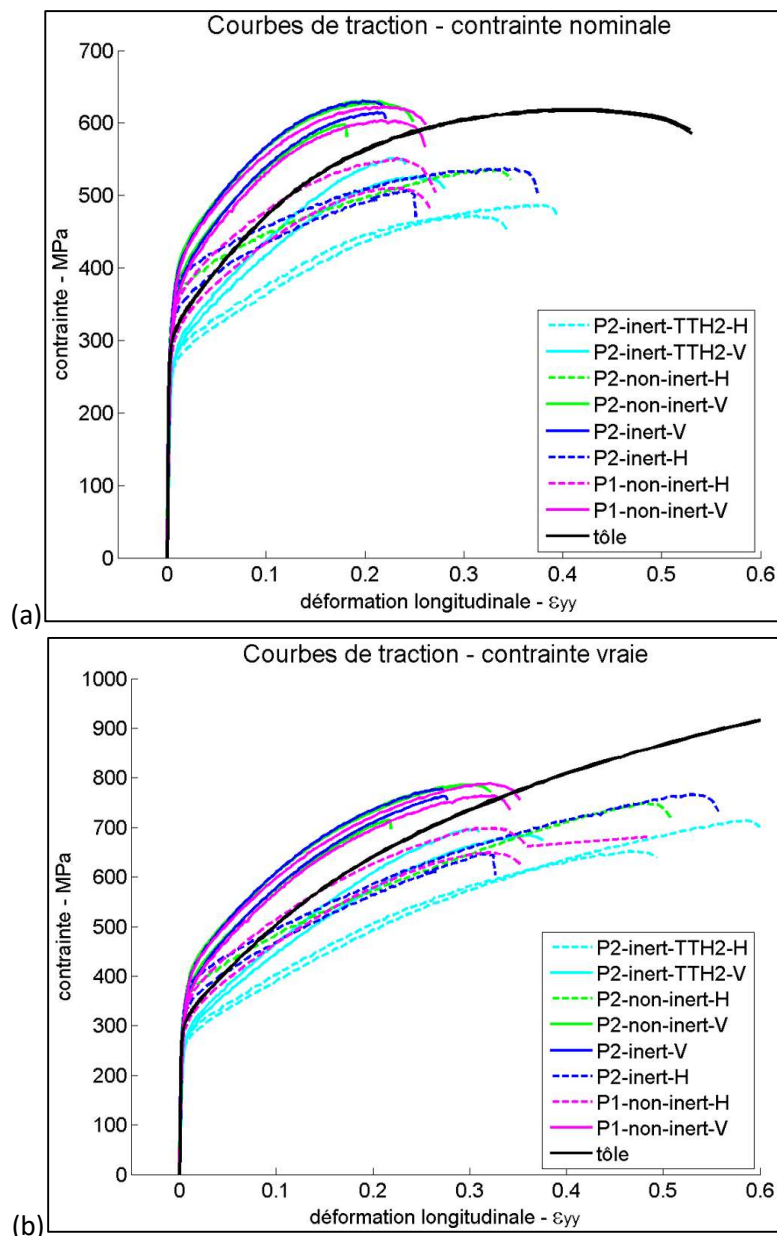
### 3.1 Traction

#### 3.1.1 Comportement macroscopique

##### Courbes de traction

Les graphiques *Figure 106-a* et *-b* montrent respectivement les courbes de traction nominales et « vraies ». La déformation de Hencky  $\epsilon_{yy}$  est utilisée, et la contrainte vraie est calculée selon l'équation (6). Les valeurs sont moyennées sur la zone d'étude de l'éprouvette. Les graphiques qui complètent cette figure sont les limites élastiques, les modules d'Young, les résistances mécaniques et pour finir les allongements à rupture. Une courbe ou une marque correspond à une éprouvette testée.

On peut constater sur les courbes la répétabilité du comportement entre deux éprouvettes équivalentes.



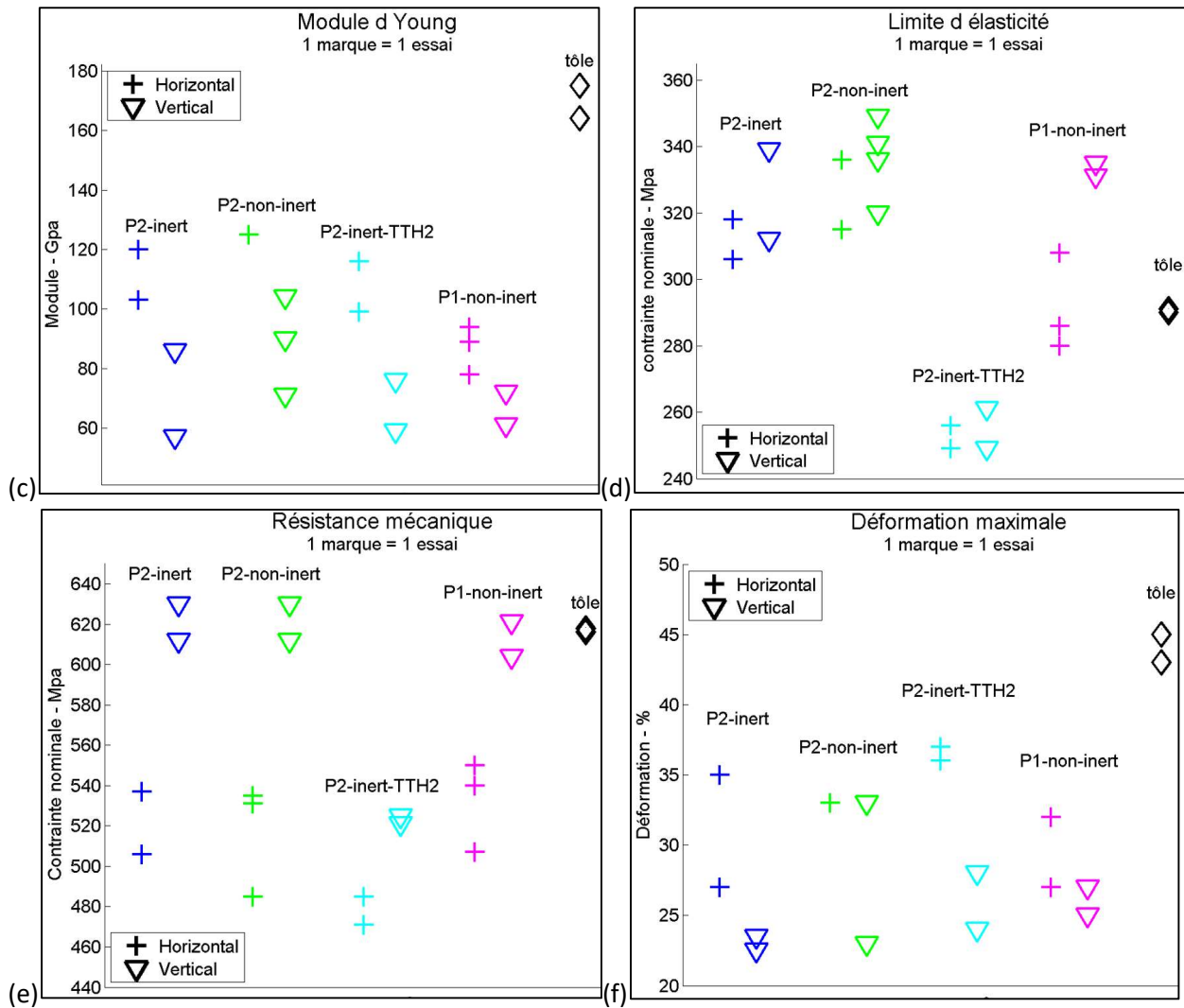


Figure 106 : résultats des essais de traction réalisés sur matériaux 316L

Ces résultats montrent une assez forte anisotropie de comportement des éprouvettes ayant subi le seul traitement thermique TTH1 de détensionnement, avec une limite d'élasticité et une résistance maximale supérieures dans les éprouvettes verticales, mais une plus faible ductilité. Les éprouvettes de Types-P1 et -P2 ne présentent pas de grandes différences de comportement à l'échelle macroscopique, bien que le comportement du Type-P1 soit plus faible dans la direction horizontale concernant le module et la limite d'élasticité. L'influence des conditions de protection en cours de fabrication, avec et sans inertage, ne semble pas avoir d'effet significatif sur le comportement macroscopique.

En revanche, le traitement thermique TTH2 de mise en solution à 1150°C tend à rendre le comportement plus isotrope, avec de plus faibles différences de comportements entre les éprouvettes horizontales et verticales. Cette évolution s'accompagne d'une diminution de la limite d'élasticité et de la résistance maximale.

Les modules d'Young présentent une anisotropie. Ils sont bas, ce qui sera analysé.

Si l'on compare les comportements obtenus sur les éprouvettes issues de la fabrication WAAM avec celui d'éprouvettes prélevées dans une tôle laminée, on constate une limite d'élasticité plus élevée des éprouvettes issues de la fabrication WAAM après traitement thermique TTH1 de détensionnement, mais une plus faible ductilité. La résistance maximale est en revanche plus faible pour les éprouvettes horizontales, alors que celle des éprouvettes verticales est du même ordre que celle des éprouvettes issues du laminage.

### Energies de déformation

La Figure 107-a montre l'évolution des énergies de déformation plastique volumiques moyennées sur l'éprouvette,  $w_{pl}$ , en fonction de la contrainte. Les variations observées sont bien sûr globalement

conformes aux différences de limites d'élasticité des différentes éprouvettes, les matériaux présentant la plus faible limite d'élasticité conduisant à des énergies plus élevées, pour un même niveau de contrainte. Il est ainsi observé une augmentation plus rapide des énergies de déformation correspondant aux éprouvettes horizontales.

### Grandeurs thermo-mécaniques

La Figure 107-b présente l'évolution de l'énergie dissipée moyenne sur l'ensemble de l'éprouvette,  $w_{d1}$  en fonction de la contrainte appliquée. On retrouve les mêmes tendances que celles observées pour l'énergie de déformation totale. La comparaison de ces deux types de courbes permet d'accéder au ratio  $\beta$  correspondant à la fraction d'énergie de déformation stockée par le matériau. Ce ratio augmente continuellement pour tous les matériaux y compris la tôle, évoluant de 40 à 60%, indiquant que les matériaux stockent de plus en plus d'énergie au fur et à mesure que la déformation progresse.

Signalons enfin que, si les variations d'énergie dissipée entre les deux types de murs ne sont pas significatives pour les éprouvettes verticales, il semble que la dissipation soit plus importante dans les éprouvettes de Type-P2 lorsqu'elles sont sollicitées dans la direction horizontale : une augmentation plus importante est observée lors de la progression de la contrainte appliquée.

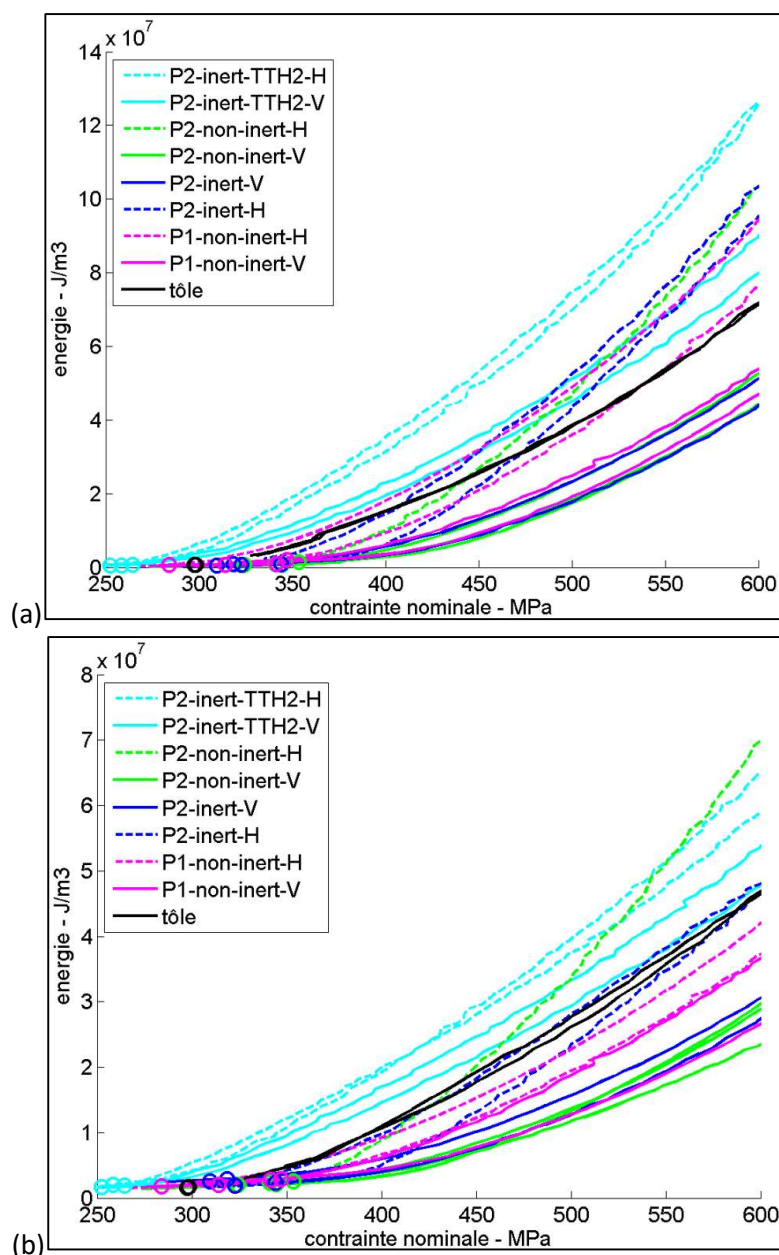


Figure 107 : (a) énergies  $w_{pl}$  / (b)  $w_{d1}$

### 3.1.2 Comportements locaux

#### Champs de déformation

La Figure 108 met en parallèle des cartes de déformation et leurs profils moyens dans la largeur selon l'axe principal pour deux échantillons de Type-P2 inerté, l'un horizontal et l'autre vertical, à un moment de l'essai après le passage de la limite élastique. Les courbes de traction « vraies », tracées telle la Figure 106-b, présentent différents points localisés sur les cartographies, en utilisant les mêmes couleurs, avec la courbe noire correspondant à la future zone de rupture.

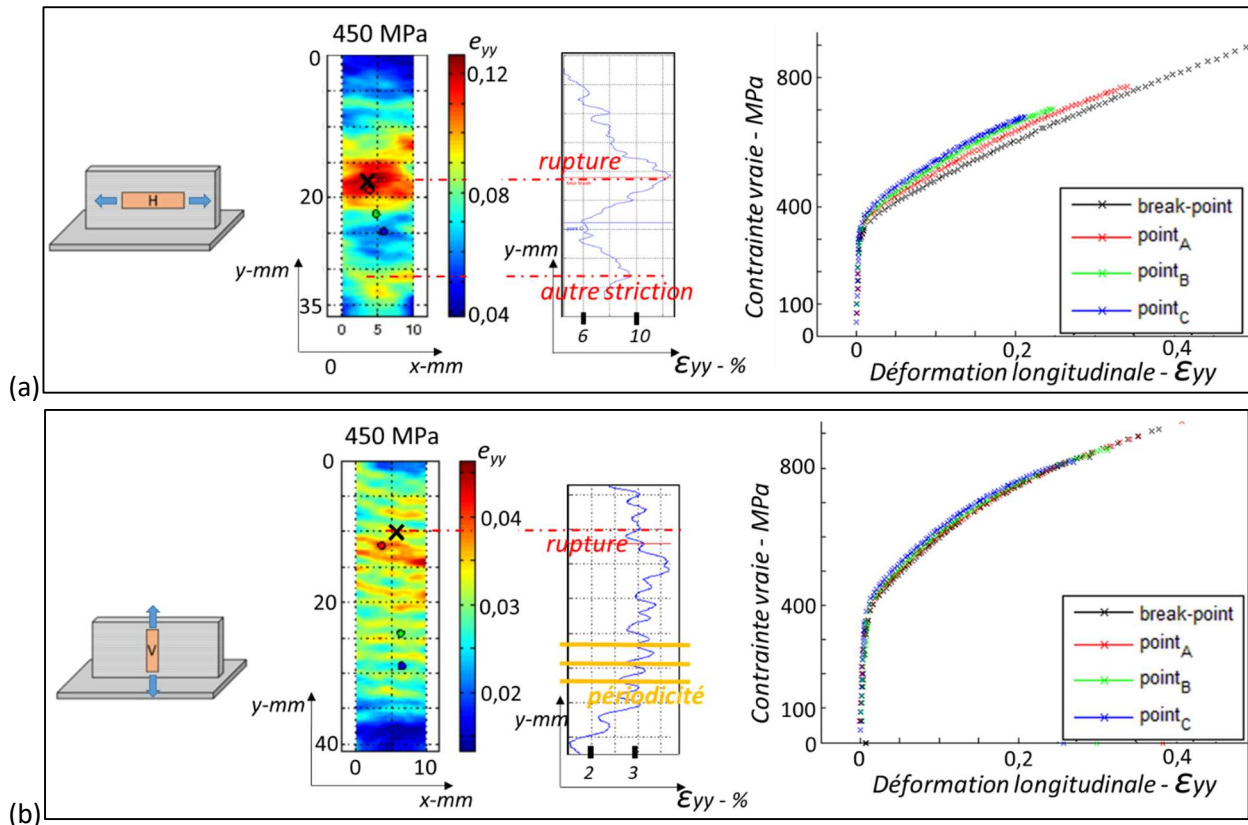


Figure 108 : comparaison des cartes en configuration lagrangienne avec profils de déformation moyenne, et courbes contraintes-déformations vraies en différents points des éprouvettes : (a) éprouvettes horizontale et (b) verticale de Type-P2 inerté

Seules quelques zones de localisation de la déformation sont observées sur l'éprouvette horizontale. Ces zones à fortes déformations apparaissent dès le début de la plastification, et persistent jusqu'à la rupture de l'éprouvette, la déformation plastique dans ces zones étant alors environ deux fois plus importante que dans les zones les moins déformées de l'éprouvette. Plusieurs strictions sont ainsi observables en fin d'essais, comme le montre la photo en Figure 109, prise au moment de la rupture, lorsque la peinture craquelée en surface ne permet plus les calculs de  $CIN$  et donc de déformations. Pour les éprouvettes verticales, les déformations sont périodiques (alternance de zones de hautes et basses déformations de tailles similaires). Une unique striction est observée en fin d'essai.

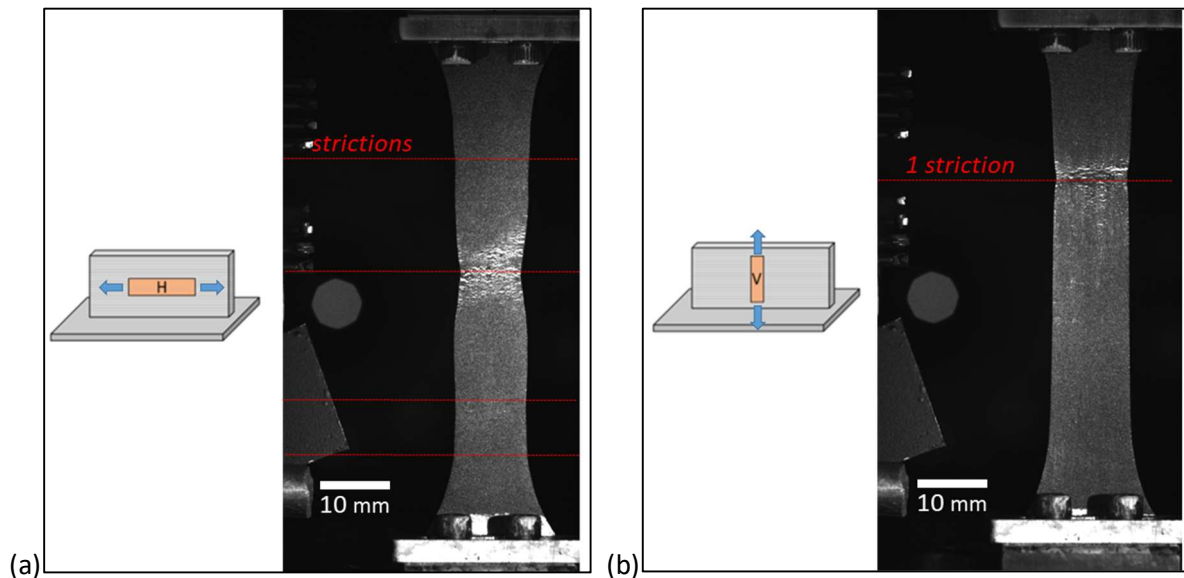


Figure 109 : photographies d'éprouvettes Type-P2 en fin d'essais mettant en évidence les zones de strictions : (a) éprouvette horizontales / (b) verticale

Ces hétérogénéités de comportement sont aussi visibles à partir des courbes de traction « vraies » tracées en Figure 108, en considérant la déformation locale en chaque point. On peut ainsi observer une différence notable de comportements dans l'éprouvette horizontale, entre les zones de faible et de forte déformation. Le comportement des éprouvettes verticales est en revanche plus homogène.

La Figure 110 montre les cartographies d'énergies de déformation calculées sur plusieurs éprouvettes verticales peu après le début de la déformation plastique. Dans le cas des éprouvettes de Type-P2, la distance moyenne entre zones de forte déformation est de 2,3 mm, valeur proche de la hauteur de cordon déposée à chaque couche, et cela quel que soit l'environnement d'inertage ou le traitement thermique. Pour les éprouvettes de Type-P1, la distance entre zones de fortes déformations est moins régulière, et peut varier entre 1 et 2,5 mm selon l'éprouvette et le traitement réalisé qui suit la CIN.

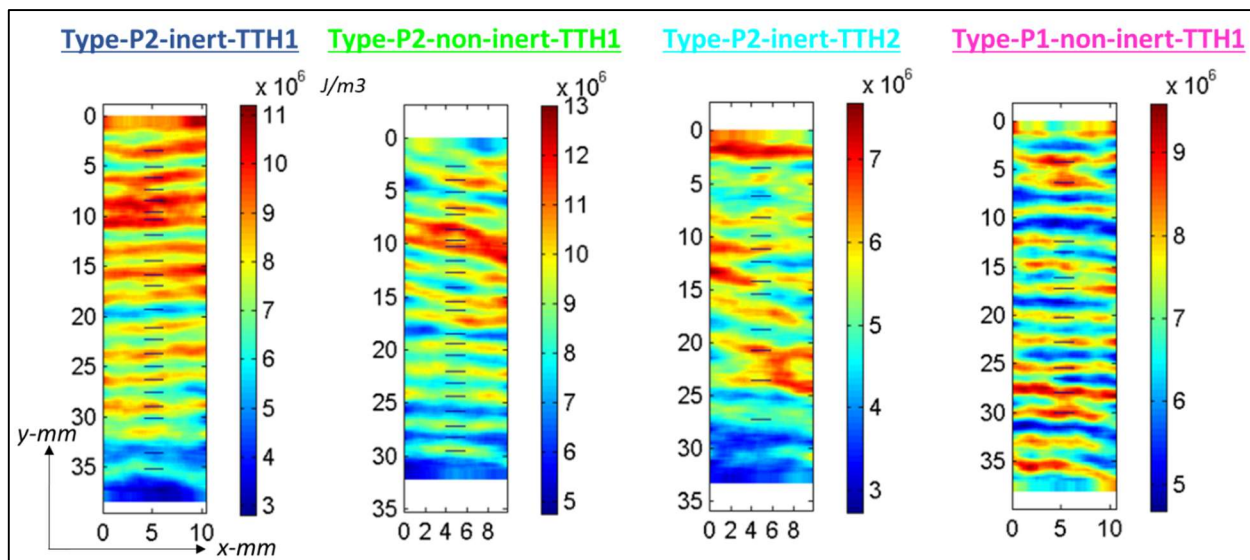


Figure 110 : cartographies d'énergies de déformation  $w_{pl}$  dans les éprouvettes verticales, pour des niveaux de contraintes supérieures de 10 à 30 MPa à la limite d'élasticité

L'évolution des énergies de déformation et des énergies dissipées dans les zones les plus déformées des éprouvettes, représentées sur la Figure 111, est proche de celle du comportement moyen dont les courbes sont tracées en Figure 107.

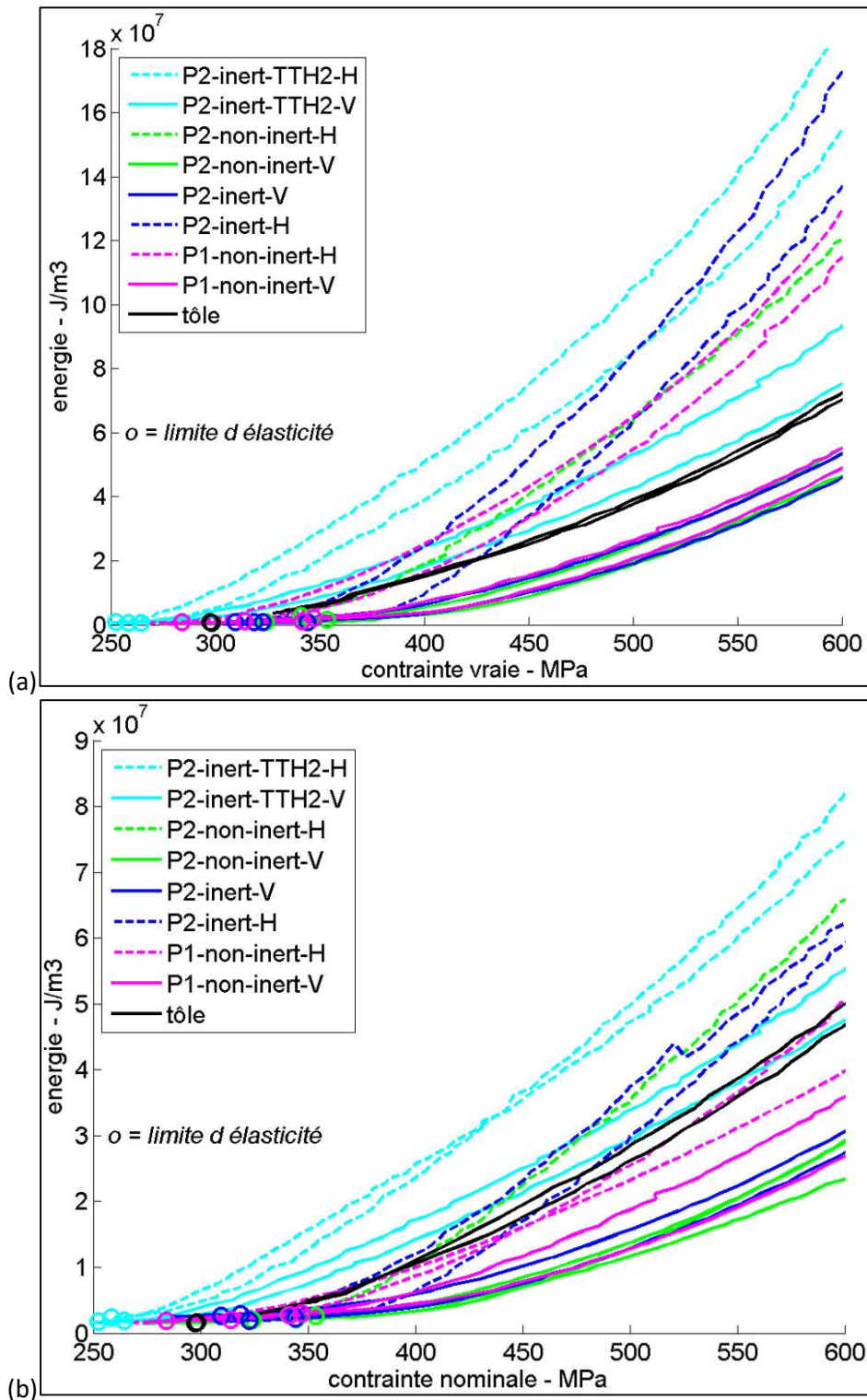


Figure 111 : (a) énergies  $w_{pl}$  / (b)  $w_{d1}$  - dans les zones de hautes déformations

Ces nouvelles courbes confirment une légère différence de comportement entre les éprouvettes de Type-P1 et -P2 dans la direction horizontale après le traitement thermique de détensionnement. On peut en effet constater que, si les tendances ne sont pas significatives concernant les énergies moyennes précédemment présentées, les éprouvettes de Type-P2 horizontales semblent dissiper plus d'énergie dans les zones de fortes déformations, ce qui est mis en avant avec la Figure 112.



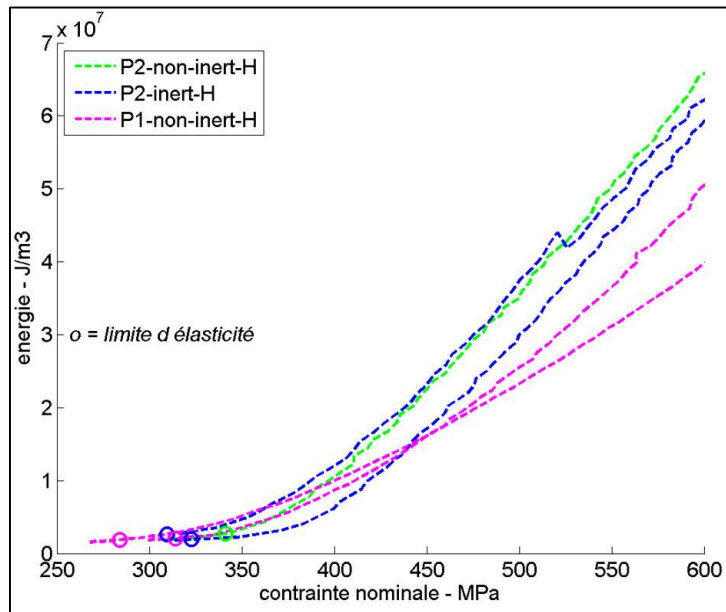


Figure 112 : extraction des courbes  $w_{d1}$  des éprouvettes horizontales TTH1 dans les zones de hautes déformations

### 3.1.3 Analyses

#### Module d'Young

Les modules d'Young mesurés dans les éprouvettes fabriquées par WAAM sont bien plus bas que ceux mesurés dans l'éprouvette prélevée dans une tôle laminée, en particulier pour les éprouvettes verticales. La forte texture présente pour tous les matériaux fabriqués, avec des directions cristallographiques  $\langle 100 \rangle$  des grains majoritairement orientées dans la direction de construction, pourrait en partie expliquer ce résultat. En effet, comme le montre la Figure 113-a, dans le cas d'une traction verticale, les grains sont alors majoritairement sollicités perpendiculairement au plan  $\{100\}$ . Hors, le module d'Young théorique d'un cristal CFC, qui correspond à la structure de la phase austénitique majoritaire, sollicité dans la direction  $\langle 100 \rangle$ , est de seulement 102 GPa [97][247]. Les éprouvettes verticales étant majoritairement composées de grains ayant cette orientation, le module d'Young pourrait être proche de cette valeur. Les valeurs mesurées pour les éprouvettes verticales (voir Figure 106-c) sont cependant plus faibles, témoignant de la difficulté à mesurer précisément le module d'Young dans les conditions expérimentales retenues.

Les éprouvettes de Type-P1 présentent une texture particulière, avec des directions de type  $\langle 100 \rangle$  également orientées dans la direction horizontale des murs, ce qui peut expliquer le module d'Young également bas relevé pour les éprouvettes horizontales de Type-P1.

En revanche, dans les éprouvettes de Type-P2, qui présentent un module d'Young plus élevé, la direction horizontale n'est associée à aucune direction cristallographique préférentielle. Les grains ont donc des orientations variées par rapport au cas de la traction sur éprouvettes horizontales de Type-P1. Dans le cas où l'axe de traction est perpendiculaire au plan  $\{110\}$  du grain, on atteint un module théorique de 196 GPa. Le module obtenu est entre les deux valeurs extrêmes, du fait d'un effet de moyenne au sein du polycristal [98].

Le traitement thermique de mise en solution TTH2 ne change pas la texture, ce qui n'implique pas de changement dans les remarques concernant le module faites ci-dessus.

#### Comportement plastique

Comme cela a été présenté dans les sections précédentes, la limite d'élasticité et la résistance maximale des éprouvettes varient principalement en fonction du traitement thermique post-soudage, et de la direction de prélèvement des éprouvettes.

Les différences de comportement plastique entre les éprouvettes horizontales et verticales peuvent s'expliquer par la texture particulière des éprouvettes fabriquées. En effet, la déformation plastique dans

les matériaux polycristallins est notamment contrôlée par l'activation du glissement dans les grains, puis la transmission de ce glissement aux grains voisins. Les éprouvettes fabriquées par WAAM sont composées de grains colonnaires dont les plans {100} sont sensiblement perpendiculaires à l'axe de construction Z (Figure 113-a). En revanche, pour les éprouvettes de Type-P2, les directions <100> n'ont pas d'orientation préférentielle dans le plan horizontal, toutes les orientations perpendiculaires à l'axe Z étant possibles.

La Figure 113-b présente l'évolution des facteurs de Schmid dans les systèmes de glissement les plus favorables d'un cristal CFC (systèmes  $\{111\} \langle 10\bar{1} \rangle$ ) dont la direction <100> est orientée suivant un axe Z vertical, lorsqu'il est sollicité en traction dans la direction Z (traction verticale) ou perpendiculairement à cette direction (traction horizontale), en fonction de l'angle de rotation du cristal autour de l'axe Z.

Ce résultat montre que dans le cas d'une traction verticale, le facteur de Schmid est constant et égal à environ 0,4 quel que soit l'angle de rotation du grain. Ainsi, le glissement devrait être activé dans tous les grains des éprouvettes verticales pour un même niveau de contrainte, conduisant à une déformation uniforme quel que soit l'angle de rotation. Dans le cas d'une traction horizontale en revanche, le facteur de Schmid est supérieur à 0,4, et évolue selon l'angle de rotation des grains autour de l'axe Z. Ainsi, dans les éprouvettes horizontales, le grain dont l'orientation conduit au facteur de Schmid le plus élevé va subir une activation du glissement sous de plus faibles niveaux de contraintes, produisant le phénomène de localisation observé sur les cartographies de déformations.

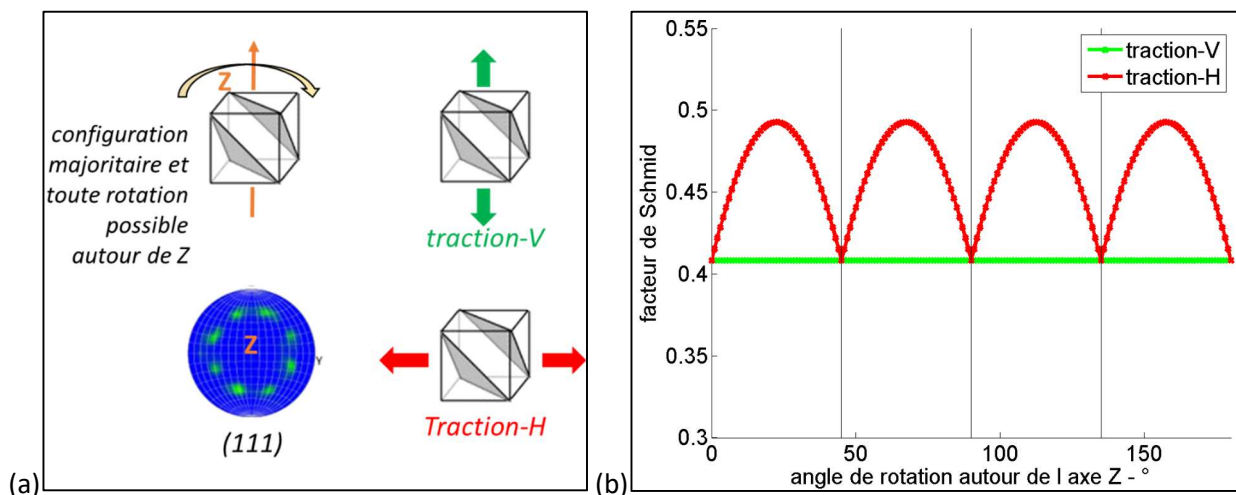


Figure 113 : (a) représentation schématique de l'orientation majoritaire de la structure CFC des grains dans les éprouvettes du Type-P2 d'après les calculs EBSD / (b) calcul des facteurs de Schmid selon l'angle de rotation autour de l'axe Z pour les systèmes  $\{111\} \langle 10\bar{1} \rangle$

Le glissement activé dans les grains présentant les facteurs de Schmid les plus élevés doit ensuite être transmis aux grains ou phases voisines. Dans le cas des matériaux 316L élaborés par le procédé WAAM, le réseau de ferrite résiduelle peut jouer un rôle important dans la transmission de ce glissement. En effet, le glissement pourra être facilement transmis entre les phases austénite et ferrite si les relations d'orientation KS sont vérifiées. Or, selon la Figure 68, le réseau de ferrite  $\delta$  est orienté de la même manière que la phase austénitique, ce qui ne correspond pas à une relation d'orientation KS [131], et ne facilite donc pas la transmission du glissement.

Afin de décrire le comportement plastique des éprouvettes horizontales et verticales, un modèle qualitatif est proposé en Figure 114 sur le principe des matériaux composites. Dans la direction verticale, le glissement peut être activé presque simultanément dans tous les grains colonnaires, et il se propage au sein de la phase austénitique majoritaire qui plastifie en premier lieu, puis il est freiné par le réseau de ferrite. La déformation peut se répartir sur plusieurs grains dans la largeur de l'éprouvette, mais également dans toute sa longueur.

Dans le sens horizontal, le glissement est activé dans le ou les grains colonnaires les plus défavorablement orientés (facteurs de Schmid les plus élevés), qui de plus peuvent traverser l'éprouvette dans toute sa largeur du fait de leur morphologie colonnaire. Le glissement est également arrêté par le réseau de ferrite, mais il peut également être activé ailleurs dans la matrice du même grain ou dans plusieurs grains voisins, formant des « paquets » de grains activés. Ce phénomène se produisant dans la largeur de l'éprouvette,

conduit à une localisation rapide de la déformation, qui peut intervenir dès le début de la plastification. Cet effet est d'autant plus important sur une éprouvette fine, où peu de grains composent une section. Cet effet peut également être plus important sur les éprouvettes de Type-P1, qui présentent des grains plus larges, et d'orientations très proches.

Ainsi, les localisations de la déformation observées sur les éprouvettes horizontales, visibles sur la *Figure 108*, apparaissant dès le début de la plastification, peuvent être expliquées par ce phénomène d'activation du glissement sur les grains colonnaires défavorablement orientés. A l'inverse, la déformation plus uniforme, sans striction apparente, sur éprouvettes verticales, peut s'expliquer par la texture qui permet l'activation du glissement simultané dans plusieurs grains, et l'effet du réseau de ferrite, qui stoppe les glissements sur une même section et favorise la répartition de la déformation.

Le traitement thermique de mise en solution à 1150°C a pour effet de produire la dissolution partielle du réseau de ferrite. Ce résultat, en réduisant les obstacles à la transmission des glissements quel que soit la direction, favorise une répartition plus uniforme de la déformation à l'intérieur des grains colonnaires, et la transmission du glissement dans les grains adjacents si leur désorientation est faible. Cet effet pourrait expliquer le comportement « plus isotrope » observé après ce traitement thermique, et également la baisse de la limite d'élasticité.

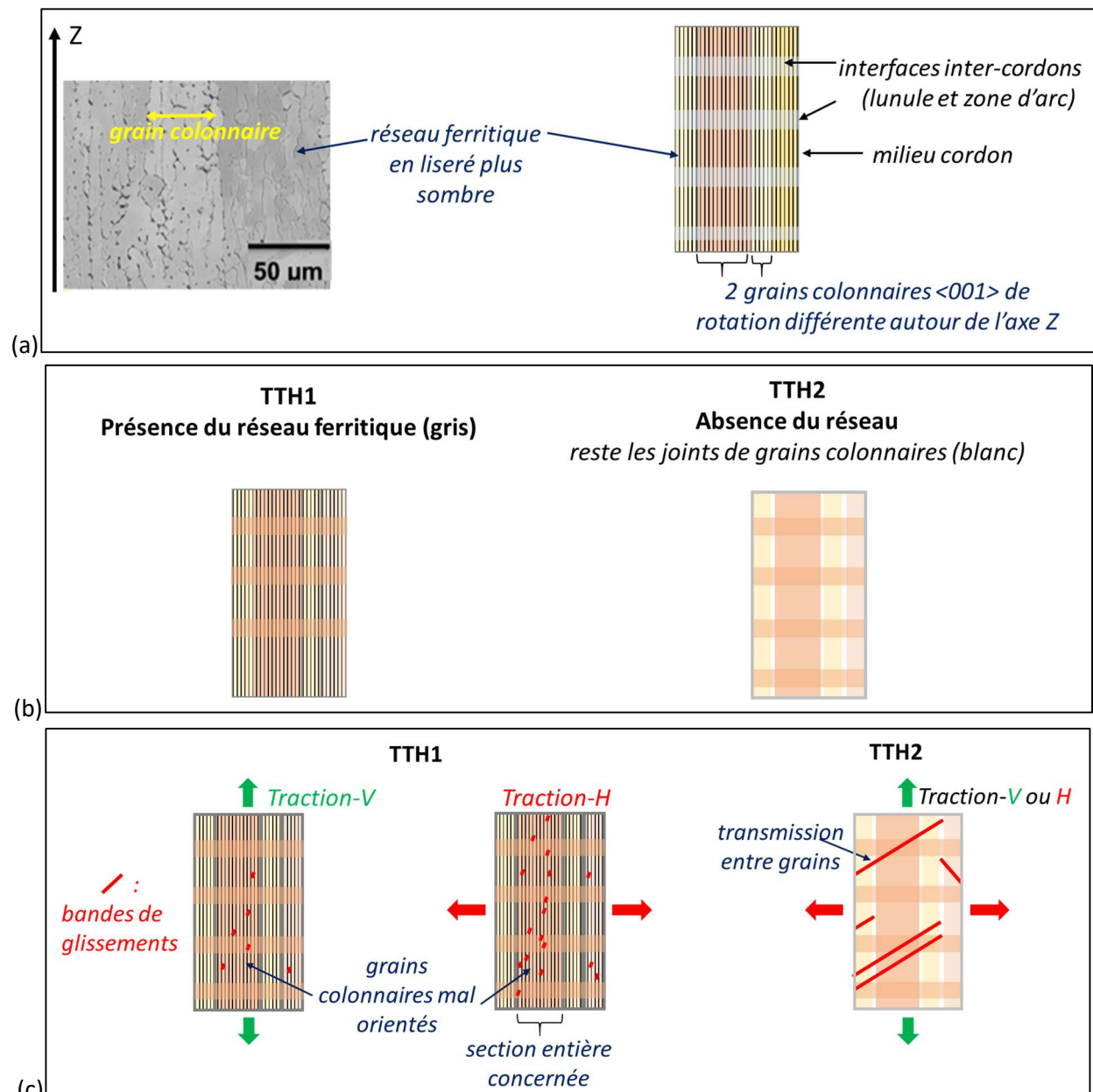


Figure 114 : modèle composite : (a) observation micrographique et schématisation de la microstructure / (b) présence ou absence du réseau ferritique selon le traitement thermique appliqué / (c) effet de la traction selon l'orientation et le traitement thermique appliqués

Cette interprétation ne permet toutefois pas d'expliquer les hétérogénéités de déformation observées dans les éprouvettes verticales, bien plus faibles cependant que dans le cas des éprouvettes horizontales. Ces variations de déformation semblent se répéter selon une période qui correspond à la hauteur des cordons déposés (*Figure 110*). La *Figure 115* met en parallèle une cartographie des énergies de déformation avec une vue d'une éprouvette rompue permettant de distinguer les limites des cordons déposés. Il a été constaté que les zones de localisation de la déformation correspondaient à la « zone d'arc » décrite dans le précédent chapitre. Cette zone présente une microstructure particulière, avec notamment un taux de ferrite plus bas que le reste de la surface exposée, et des bras de dendrites courts, ce qui pourrait expliquer la déformation importante de cette zone.

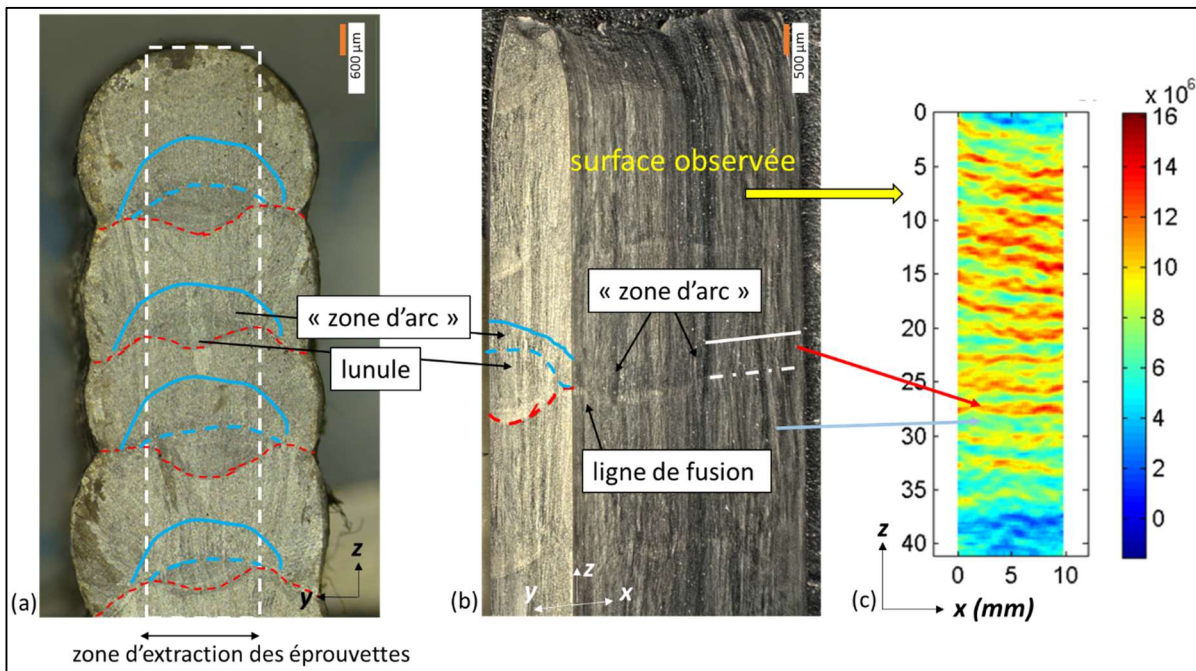


Figure 115 : correspondance des zones identifiées au chapitre III sur orientation et éprouvette verticale Type-P2 non inerté : (a) macrographie sur coupe transversale et indication de la zone de prélèvement d'une éprouvette dans l'épaisseur d'un mur / (b) éprouvette après rupture / (c) carte d'énergie de déformation après plastification

Cependant, il faut signaler que les éprouvettes usinées ne sont pas toujours extraites au centre de l'épaisseur des murs. La *Figure 116* met en avant l'impact de cette différence de prélèvement sur le positionnement des différentes zones identifiées au niveau des faces de l'éprouvette. Dans le cas d'éprouvettes prélevées au centre des murs, la zone d'arc est présente sur les deux surfaces de l'éprouvette, mais pas la zone de lunule.

En revanche, si l'éprouvette est prélevée près de la surface d'un mur, une des faces traverse la zone de lunule, caractérisée par un taux de ferrite plus élevé. Sur cette surface, les zones de fortes déformations sont alors réparties de part et d'autre de la zone de lunule.

La photographie de la *Figure 116-b* montre la tranche d'une d'éprouvette prélevée près de la surface d'un mur, et les cartographies des énergies de déformation mesurées sur les deux types de faces d'éprouvette.

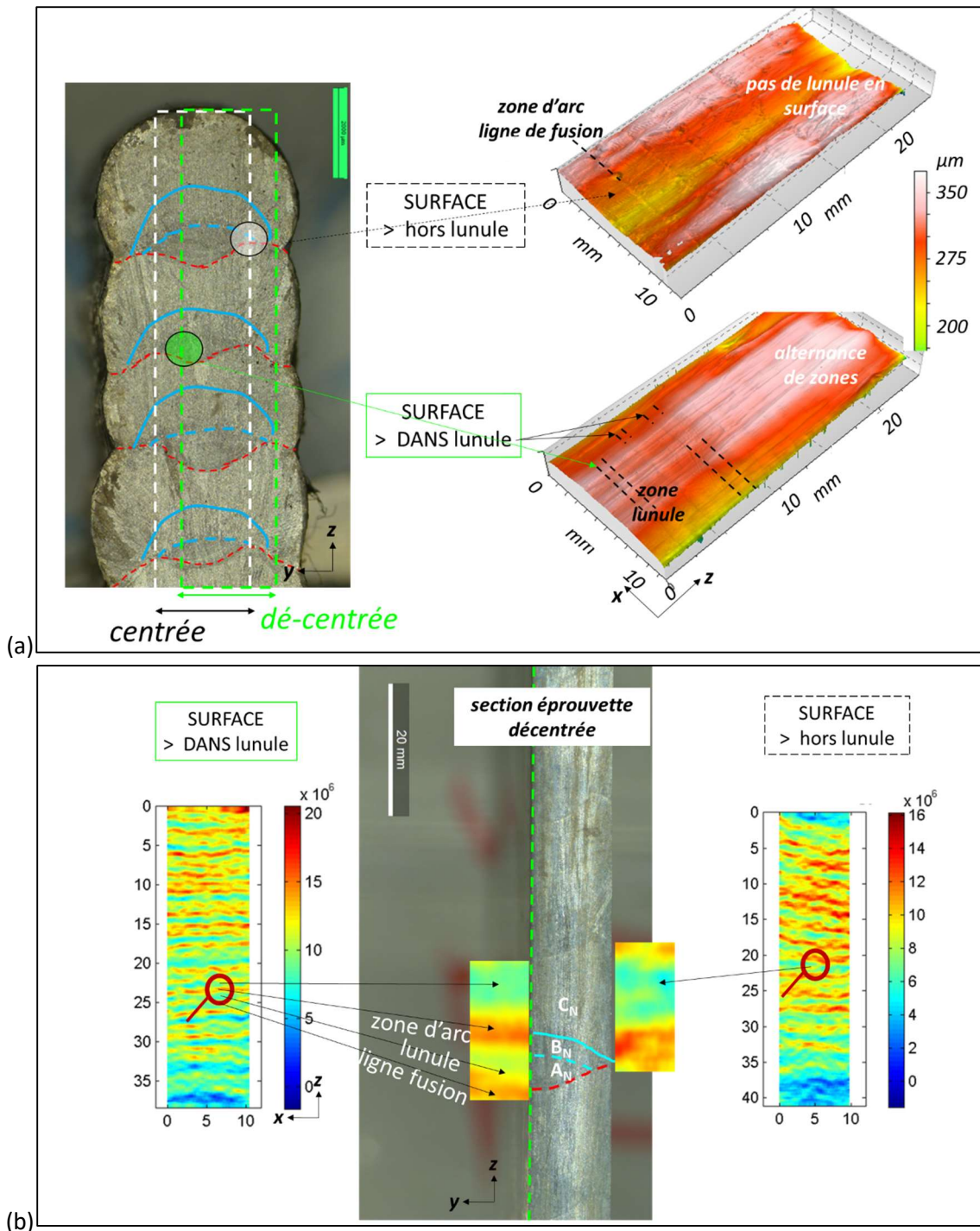


Figure 116 : influence de la zone de prélèvement des éprouvettes dans deux murs différents de Type-P2 : (a) coupes métallographiques et scan-3D avec indication de la surface exposée/ (b) cartes d'énergies de déformation avec grandissements positionnés en correspondance d'une tranche d'éprouvette

Le risque de « décentrage » de l'éprouvette est plus fréquent sur les murs de Type-P1, qui sont plus larges, ce qui explique que les motifs observés sur les cartographies de déformations et d'énergies soient moins réguliers dans ce cas. Il a aussi été vu une moins bonne symétrie de la ligne de fusion en « M » et du cordon par rapport à l'axe central vertical dans l'épaisseur pour ce Type-P1 (voir §1.1.3 du chapitre III).

Concernant les éprouvettes du Type-P2 ayant subi un traitement TTH2 de mise en solution, bien que les propriétés soient abaissées, des motifs équivalents sont observés. La dissolution partielle de la ferrite ne supprime pas les gradients de taille des dendrites, notamment dans la zone de lunule, où les dendrites sont plus fines.

Il faut enfin signaler que la déformation d'une zone dépend du comportement du matériau, et donc de sa microstructure, dans toute l'épaisseur de l'éprouvette, et pas seulement de ses caractéristiques en surface.

## 3.2 Cyclage par paliers

Le test de cyclage par paliers soumet l'éprouvette plate à des blocs de cycles à charges différentes. Il comprend des blocs de 2000 cycles appliqués à 20Hz, contrôlés en force avec un rapport d'amplitude de contrainte  $R = 0,1$ , à charge croissante au cours du test, avec une pause entre blocs de 30 secondes.

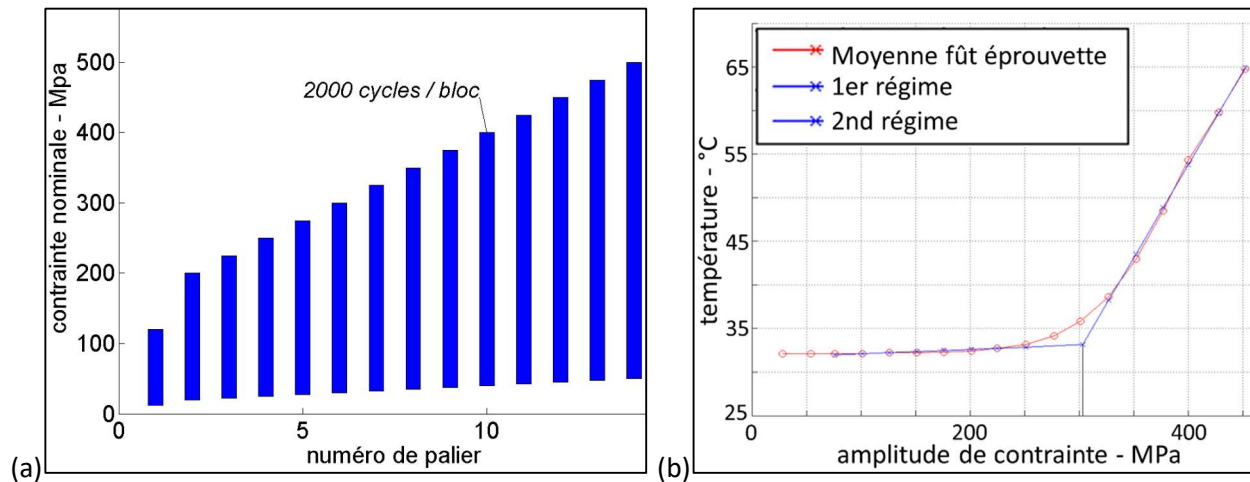


Figure 117 : 316L : (a) description de l'essai de cyclage par paliers / (b) exemple de l'estimation de la limite d'endurance par la méthode des tangentes utilisant la température

### 3.2.1 Estimation rapide des limites d'endurance par « auto-échauffement »

Cette méthode est fréquemment utilisée pour estimer rapidement la limite d'endurance. Même si elle ne repose pas sur l'interprétation de grandeurs directement reliées aux mécanismes de déformation mis en jeu, elle est utilisée ici pour obtenir une première comparaison entre matériaux et estimer les niveaux de chargement à appliquer pour les essais de fatigue.

A chaque fin de palier, la température stabilisée est tracée en fonction du niveau d'amplitude de contraintes. Naturellement, le niveau d'échauffement n'est pas une grandeur intrinsèque à la réponse du matériau, dans la mesure où il dépend des conditions d'échanges thermiques entre l'éprouvette et son environnement. Pour s'affranchir de ces effets « de structure », il est préférable d'utiliser les sources de chaleur qui sont directement associées aux mécanismes de déformation.

Néanmoins, dans cette méthode, la limite d'endurance est estimée par le biais de la méthode des tangentes, tel que tracé sur la Figure 117-b. Il est souligné que la limite déterminée ici n'est pas la contrainte maximale, mais l'amplitude de contrainte, soit  $\sigma_{max} \cdot (1 - R)$  ce qui correspond à 90% de la contrainte maximale pour nos essais. Il est rappelé qu'en utilisant cette méthode, des travaux sur aciers inoxydables mènent à des limites d'endurance proches de celles obtenues par la méthode des courbes de Wöhler [190][191][192]. Les limites d'endurance ainsi estimées pour les différents matériaux sont comparées en Figure 118. Certains matériaux présentent une dispersion significative.

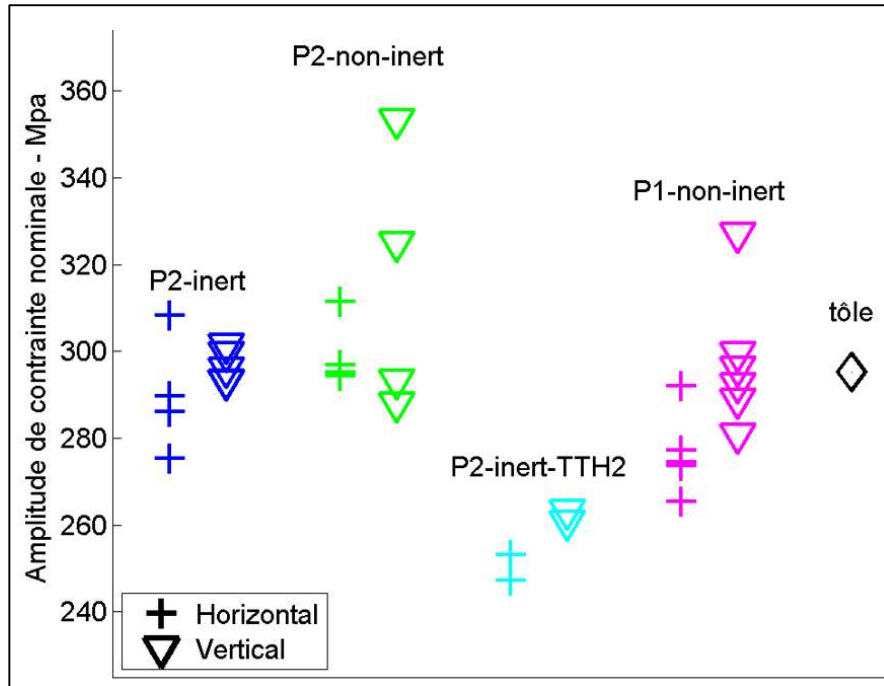


Figure 118 : limites d'endurance estimées sur courbes « d'auto-échauffement »

### 3.2.2 Résultats thermomécaniques Comportements macroscopiques

La dissipation intrinsèque regroupe l'ensemble des sources de chaleur associées aux mécanismes de déformation dissipatifs. L'évolution de la dissipation intrinsèque moyenne par cycle  $\widetilde{a}_1$ , et de l'énergie intrinsèquement dissipée sur un cycle  $\widetilde{w}_{d1}$ , est ainsi déterminée en fonction du niveau de chargement [99][183]. L'évolution observée est une indication de l'évolution des mécanismes dissipatifs, accompagnant le développement de la fatigue. On peut alors considérer que la limite d'endurance correspondrait au niveau de contrainte au-dessous duquel aucune dissipation intrinsèque ne peut être mesurée.

La Figure 119-a trace l'évolution de  $\widetilde{w}_{d1}$ , calculée au milieu de chaque palier, en fonction de la contrainte maximale du palier.

À chaque courbe correspond une éprouvette testée. La courbe rouge représente l'incertitude de mesure sur l'énergie dissipée. L'incertitude sur la dissipation intrinsèque, supposée suivre une loi normale centrée, est définie comme étant égale à trois fois l'écart-type  $\sigma_1$  déterminé sur la distribution spatiale de cette grandeur aux faibles niveaux de contrainte appliquée (où l'on considère que le comportement du matériau est purement élastique, typiquement pour lesquels  $\sigma_{max} < 200\text{MPa}$ ). Cette erreur est supposée constante d'un niveau de chargement à l'autre de sorte que la variance de l'énergie est proportionnelle au numéro de palier  $n$ , la durée de chaque palier étant constante. L'incertitude sur l'énergie dissipée  $\widetilde{w}_{d1}$  évolue donc selon la relation :

$$\text{Incertaince}(n) = 3 \cdot \sqrt{n} \cdot \sigma_1 \quad (33)$$

On suppose que la limite d'endurance estimée est atteinte pour le niveau de contrainte pour lequel l'énergie dissipée devient mesurable, c'est-à-dire lorsque sa valeur devient supérieure à l'incertitude de mesure. Le point d'intersection entre l'évolution de l'énergie dissipée et l'incertitude de mesure est obtenu par interpolation linéaire des énergies dissipées mesurées à chaque palier. On est alors en mesure de tracer la limite d'endurance estimée avec la dissipation, en retranchant 10% à la contrainte maximale, le rapport de contraintes du test étant  $R = 0, 1$ .

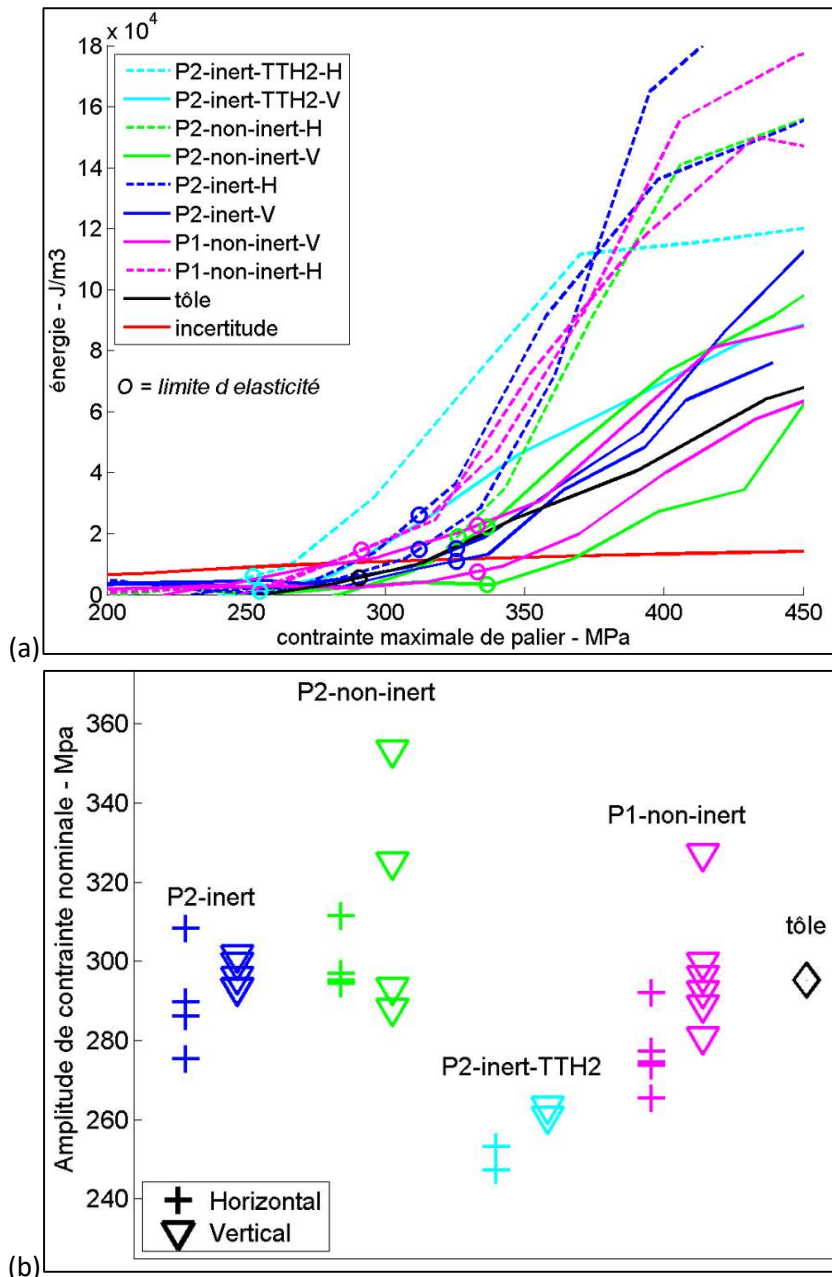


Figure 119 : (a) évolution de  $\widetilde{w}_{d1}$  moyen au cours des essais de cyclage par paliers / (b) limites d'endurance estimées sur courbes  $\widetilde{w}_{d1}$

On observe que cette limite estimée (voir Figure 119-b) est très proche de la « limite d'endurance » estimée avec les essais « d'auto-échauffement », qui sont eux-mêmes supposés conformes aux limites d'endurances obtenues par des approches traditionnelles de type courbes de *Wöhler*. On se basera donc sur l'analyse des courbes d'énergie dissipée pour déterminer les niveaux de chargement auxquels seront réalisés les essais de fatigue.

La différence entre cette limite et la limite d'élasticité moyenne déterminée lors des essais de traction est également reportée, en Figure 120.

La Figure 121 trace l'évolution du module d'Young en fonction du niveau de chargement appliqué à chaque palier. On observe que cette grandeur est stable aux faibles niveaux de chargement et qu'elle diminue progressivement à partir d'un chargement appliqué de 250 MPa.



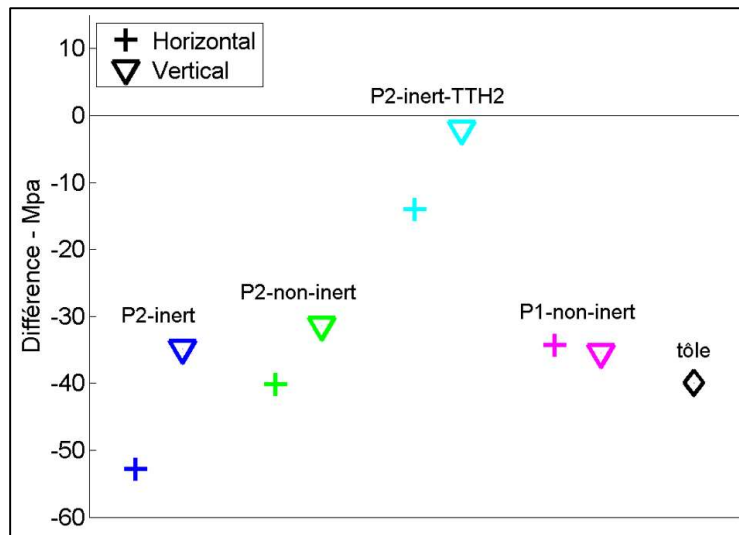


Figure 120 : différence entre la limite d'endurance estimée sur courbes  $\tilde{w}_{d1}$  et la limite d'élasticité (moyenne)

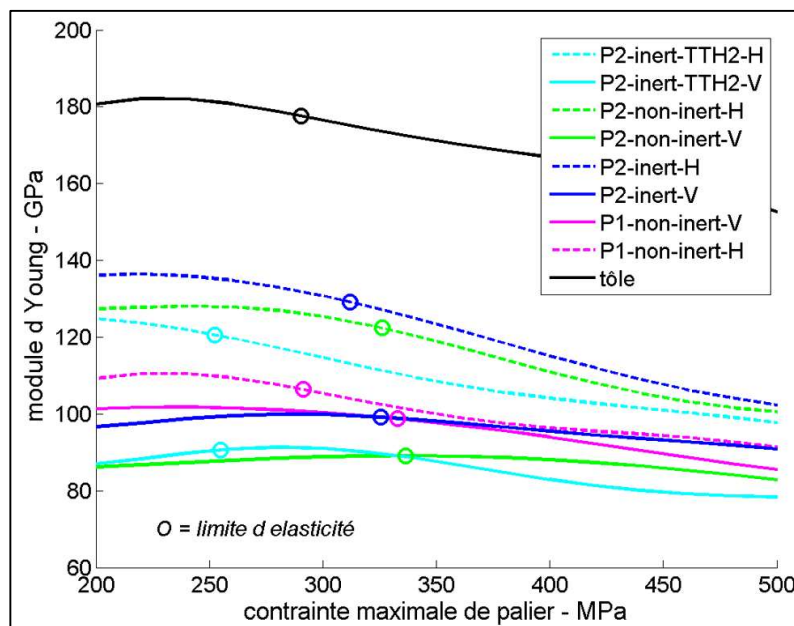


Figure 121 : évolution du module de Young en fonction de la contrainte appliquée à chaque palier

### Comportements locaux

La Figure 122 reporte des cartographies de dissipation intrinsèque issues d'essais de cyclage par paliers. Tout comme pour la traction, il est observé une plus grande variabilité de dissipation intrinsèque au sein des éprouvettes horizontales. En d'autres termes, la dissipation intrinsèque est plus homogène sur les éprouvettes verticales.

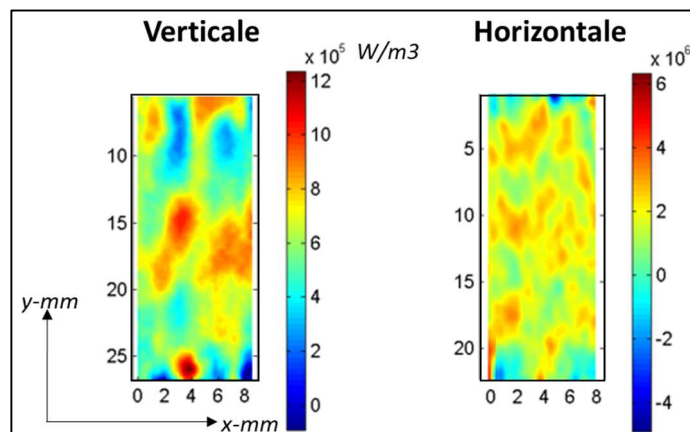


Figure 122 : comparaison sur éprouvette de Type-P2-inerté selon l'orientation d'extraction, de la source dissipative cyclique  $\tilde{d}_1$ , au palier suivant le passage de la limite d'élasticité déterminée en traction

### 3.2.3 Analyses

D'après les résultats obtenus lors des essais par paliers, il semble que l'ensemble des matériaux ait une limite d'endurance estimée supérieure pour les éprouvettes d'orientation verticale. Cette tendance est la même que celle observée pour la limite d'élasticité. Les causes pilotant cette dernière et proposées au §IV.3.1.3 sont valables ici.

Les deux approches, qui se basent toutes deux sur l'interprétation des variations de température pour estimer une limite d'endurance, donnent des valeurs similaires, et donc des tendances proches. La détermination par l'étude de  $\widetilde{w}_{d1}$  marque cependant plus la différenciation entre les deux orientations. Dans les deux cas, des écarts-types importants sont mesurés, en particulier pour le Type-P2 non inerté vertical. Suite aux travaux présentés au paragraphe sur la traction, il est raisonnable de supposer qu'une partie de la variabilité vient du positionnement des éprouvettes usinées dans l'épaisseur des murs.

Comme le montre la *Figure 120*, les éprouvettes ayant subi le traitement TTH1 de détensionnement présentent une limite d'endurance estimée inférieure à la limite d'élasticité d'au moins 30 MPa.

La quantité de *BGP* engendrée par la nécessaire accommodation liée aux dislocations *GND* produites lors du cyclage est plus importante que lors d'une traction à même contrainte [100]. Ces dislocations *GND* sont plus nombreuses en présence de ferrite, l'accommodation entre les deux phases étant plus difficile à mettre en œuvre qu'entre deux grains de même phase, ce qui peut expliquer l'abaissement de la limite d'endurance estimée comparativement à la limite d'élasticité. Pour sa part, le matériau ayant subi le traitement TTH2 de mise en solution présente une limite d'endurance estimée proche de sa limite d'élasticité, ce qui peut s'expliquer par la réduction du réseau ferritique.

L'activité dissipative est mesurable lors des essais cyclés, à des niveaux où elle n'était pas décelable en traction par effet de cumul sur plusieurs cycles de la dissipation. Dans le cas des matériaux uniquement détensionnés, la présence de ferrite met en œuvre des phénomènes s'activant tôt en cyclage, avant plastification macroscopique.

Les cartes d'énergie permettent d'appréhender des phénomènes locaux. L'hétérogénéité des énergies dissipées est plus faible sur les éprouvettes verticales, ce qui s'explique par les mêmes phénomènes que ceux décrits lors des analyses des essais de traction (effet de texture et effet « composite »).

Enfin, le développement de « l'endommagement » peut être étudié par la diminution des modules d'Young au cours des essais qui traduit le développement de mécanismes inélastiques (plasticité, endommagement, ...). Il semble que cette diminution soit plus importante sur les éprouvettes horizontales. Cependant, comme le soulignent *Lemaitre* et *Chaboche* [109], la mesure correcte du module est difficile et peut mener à erreur, notamment à l'échelle macroscopique.

## 3.3 Fatigue

Il est rappelé ici que l'objectif est d'étudier l'initiation au travers de mesures thermomécaniques.

Les tests de fatigue sont réalisés sur éprouvettes plates, avec cyclage à 20 Hz et un pilotage de la machine en force. Comme présenté au §IV.1 concernant la méthodologie, les acquisitions d'images sont réalisées à 14.1 Hz. La première acquisition d'images est faite au démarrage de l'essai, enregistrant la rampe initiale de traction, ayant lieu sous la limite d'élasticité jusqu'à 5000 N, ainsi que les 5000 premiers cycles. Puis des acquisitions d'une centaine de cycles sont réalisées au cours de l'essai à des intervalles compris entre 5000 et 15000 cycles. Elles sont déclenchées manuellement, et bien que proches, elles ne sont pas déclenchées rigoureusement aux mêmes nombres de cycles pour les différentes éprouvettes. Pour exemple, la *Figure 123-a* indique les moments d'acquisition des caméras au cours de la sollicitation machine. Pour chacune des courbes représentant l'évolution de la déformation ou de l'énergie en fonction du nombre de cycles, en échelle logarithmique, comme celles représentées sur la *Figure 123-b*, chaque point correspond à une moyenne effectuée sur une période d'acquisition.

Un premier essai a été réalisé en imposant une contrainte maximale de cycle égale à la limite d'élasticité moyenne de tous les matériaux fabriqués, soit 320 MPa, sur une éprouvette Type-P2 inertée horizontale,

dont la limite d'élasticité, estimée en traction au §IV.3.1, est de 312 MPa. L'essai a été arrêté après 8 millions de cycles, sans rupture. Il a alors été décidé de tester par la suite toutes les éprouvettes avec une contrainte supérieure de 30 MPa à leur limite d'élasticité respective. Ce choix, destiné à favoriser l'apparition précoce puis l'évolution d'un endommagement de fatigue pour toutes les éprouvettes testées, qui pourra être analysé grâce à la mesure des sources et des bilans d'énergie précédemment décrits, rendra cependant la comparaison entre éprouvettes délicate, puisque les niveaux de contrainte appliqués pour chaque type seront différents.

Selon le choix, le cyclage est arrêté à 50, 600 ou 800 mille cycles. Il y a parfois rupture avant l'arrêt programmé. Les ruptures ont toujours eu lieu au-delà de 200 mille cycles.

### 3.3.1 Résultats

La Figure 123-b trace l'évolution de la déformation maximale par cycle au cours des essais de fatigue, chaque courbe correspondant à une éprouvette testée. La déformation évolue pour tous les échantillons, avec un maximum à presque 5% pour le Type-P2 horizontal ayant subi le traitement TTH2 de mise en solution : il y a un phénomène de Rochet, qui est toutefois moins marqué sur les éprouvettes de Type-P1 et les éprouvettes de Type-P2 verticale. Le Type-P2 non inerté horizontal n'est pas représenté car les données acquises n'étaient pas exploitables.

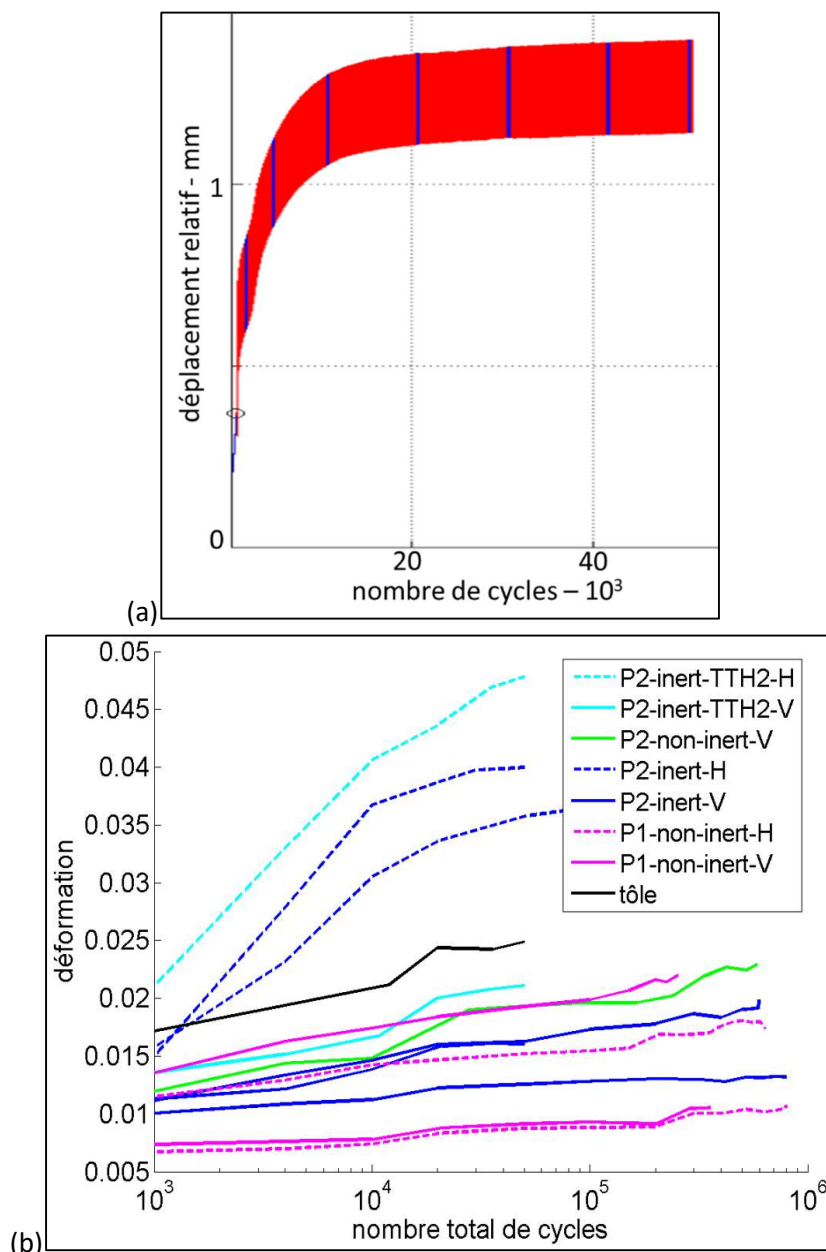


Figure 123 : (a) déplacement de la traverse machine en fonction du nombre de cycles, moments d'acquisition caméras en traits bleu / (b) déformation plastique maximale des échantillons au cours des essais de fatigue

Les graphiques de la *Figure 124* présentent les énergies de dissipation sur un cycle  $\widetilde{w}_{d1}$  ou cumulée au cours des essais  $w_{d1}$ . Pour chacune des courbes correspondant à un test, une droite est tracée entre chaque point correspondant à un résultat calculé après une acquisition ponctuelle à un nombre de cycles donné.

Il est noté que les éprouvettes verticales ont des courbes d'énergie de dissipation sur un cycle semblables à celles de la tôle laminée, que ce soit en fatigue (un essai mené jusqu'à uniquement 50 mille cycles) ou en cyclage par paliers. Ce résultat donne confiance dans les travaux effectués.

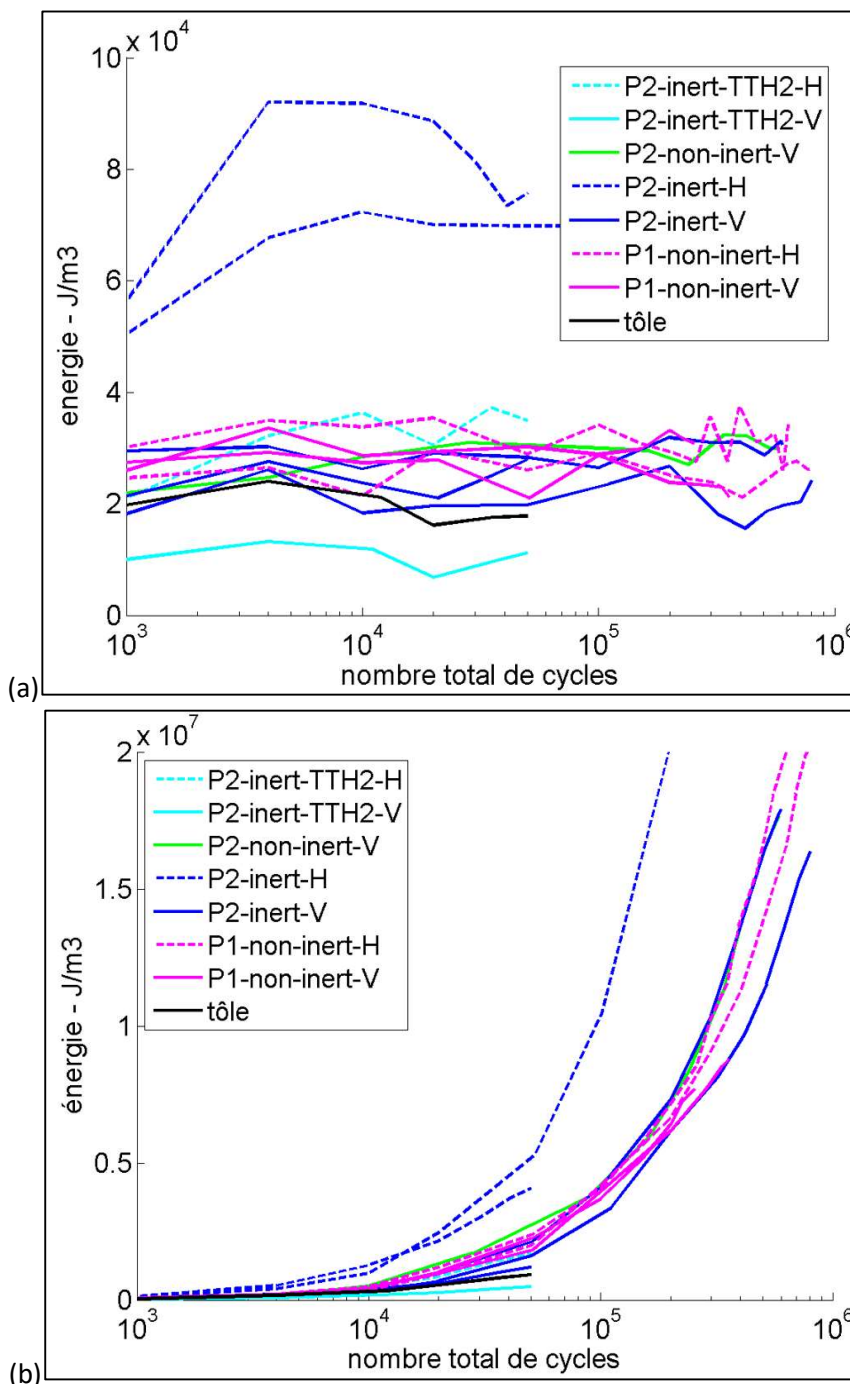


Figure 124 : (a) évolution de l'énergie de dissipation par cycle  $\widetilde{w}_{d1}$  / (b) cumulée  $w_{d1}$

Non tracés ici, il est noté que les modules d'Young n'évoluent pas significativement lors de ces essais.

Afin d'étudier l'effet de l'amplitude de contrainte sur la dissipation intrinsèque, mais aussi le caractère plus ou moins réversible des phénomènes, d'autres essais de fatigue ont été réalisés avec des niveaux de contraintes différents.

La Figure 125-a compare les énergies de dissipation mesurées sur les éprouvettes de référence (testées à +30 MPa par rapport à leur limite d'élasticité), avec des éprouvettes testées à plus hautes contraintes, et à plus basses contraintes (respectivement +53 MPa et -13 MPa de leur limite d'élasticité).

La Figure 125-b affiche l'évolution de l'énergie de dissipation mesurée sur une éprouvette Type-P1 non inertée horizontale, cyclée alternativement par blocs de cycles d'amplitudes différentes (contrainte maximale égale + 30 et - 13 MPa par rapport à la limite d'élasticité).

Les courbes mises en avant dans ces essais sont repérables par des ronds ou des croix, alors que les courbes de référence déjà présentées en Figure 124-a sont également tracées pour comparaison.

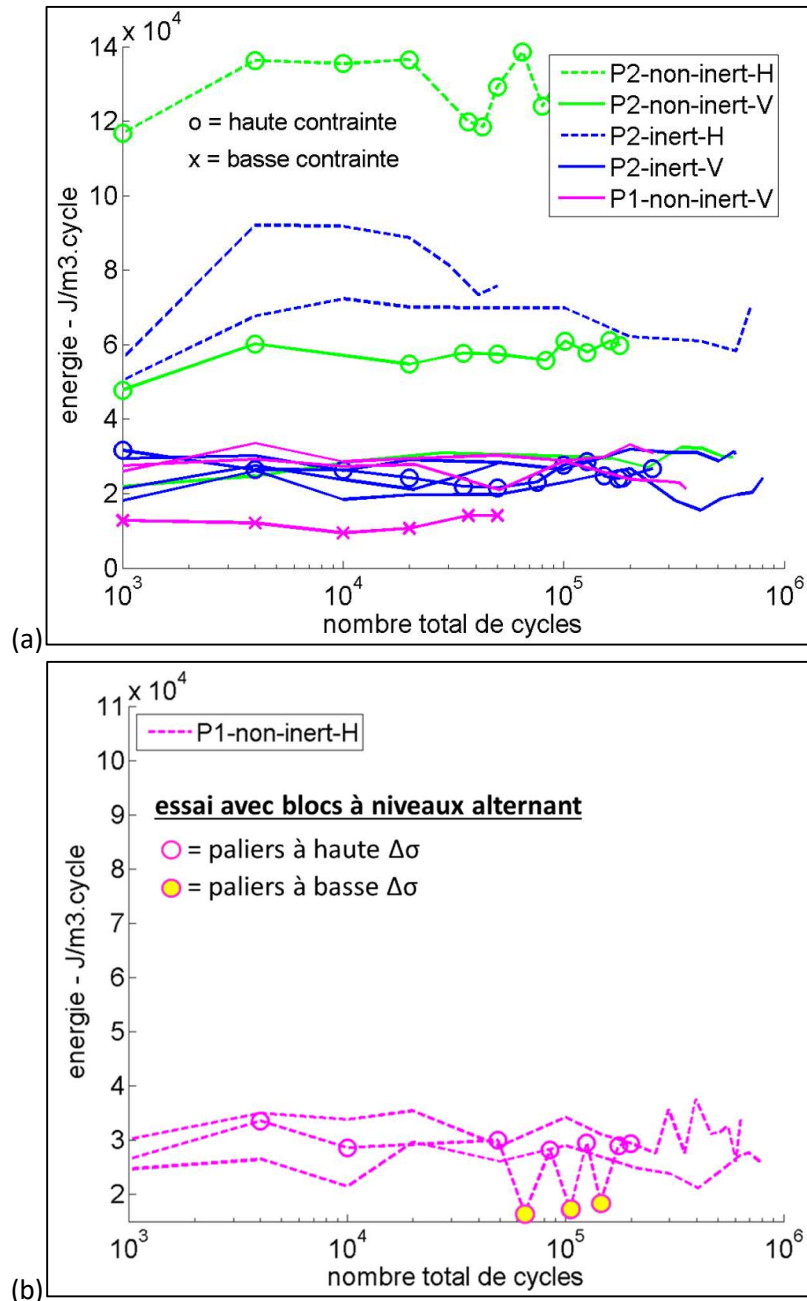


Figure 125 : évolution de  $\widetilde{w}_{d1}$  : (a) pour différents niveaux de contraintes maximales / (b) lors de l'alternance du niveau de contraintes (blocs de cycles)

Les éprouvettes ont été observées au MO et/ou au MEB. Les tranches présentent des stries importantes d'usure orientées dans la direction transversale, qui semblent être des défauts initiant la rupture. Dans tous les cas, les faciès indiquent que les fissures sont initiées depuis les arêtes des éprouvettes, ce qui est visible en Figure 126 et Figure 127-a.

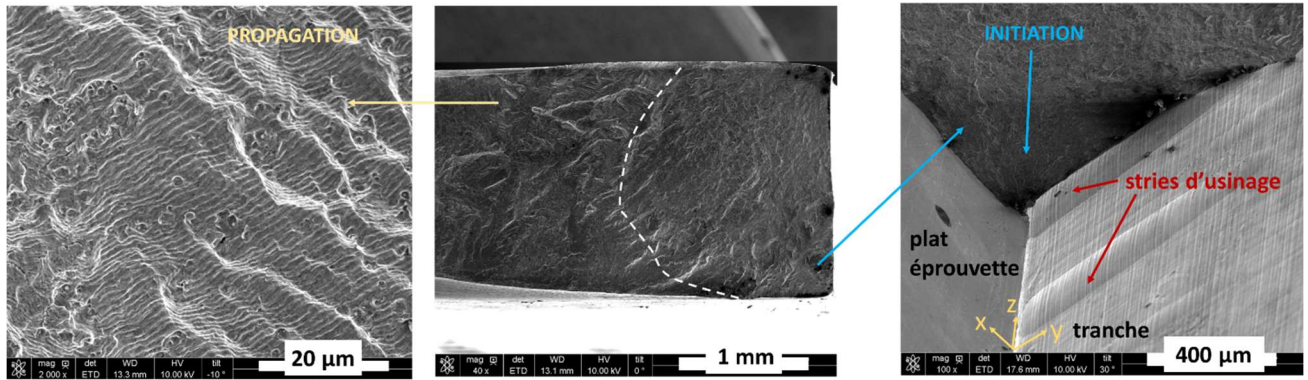


Figure 126 : faciès de rupture d'une éprouvette Type-P1 non inertée verticale

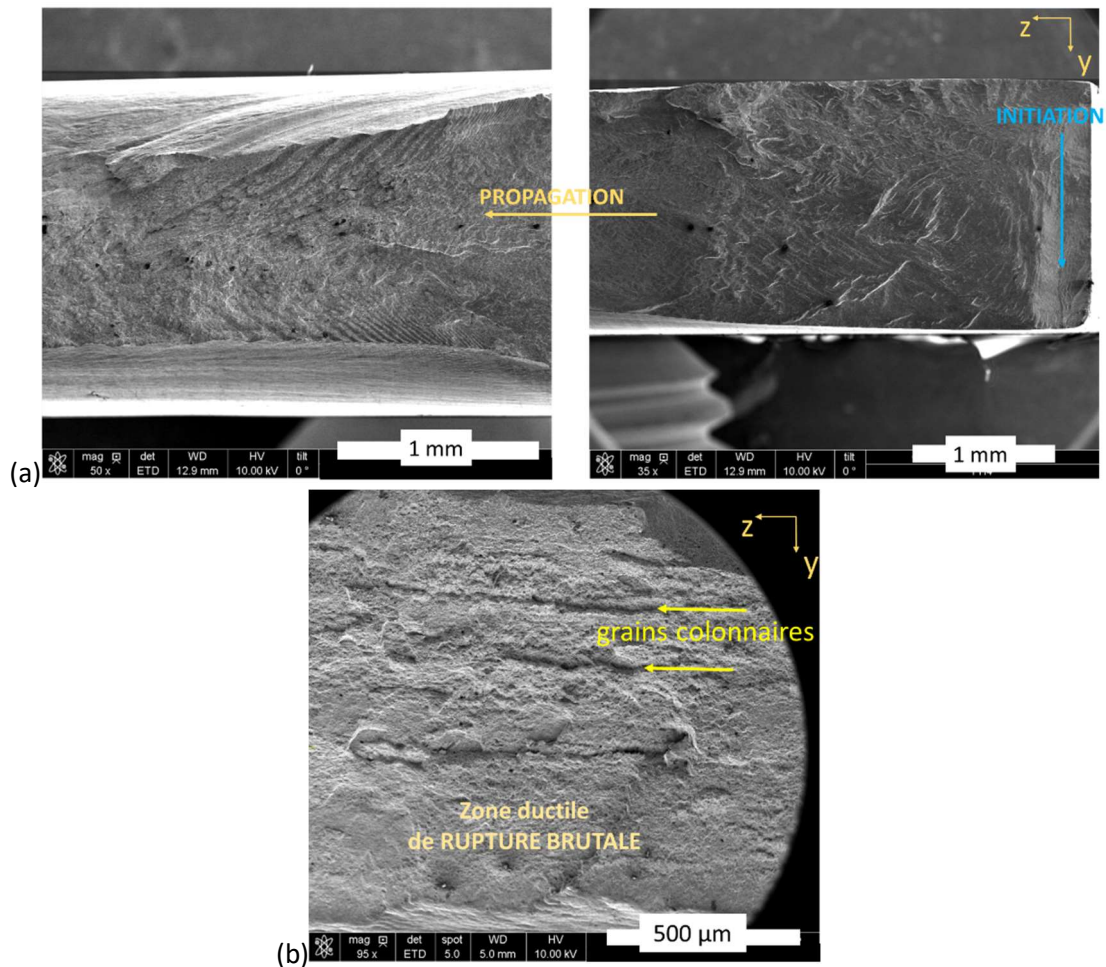


Figure 127 : (a) faciès de rupture d'une éprouvette Type-P1 non inertée horizontale / (b) faciès de rupture d'une éprouvette Type-P2 non inertée horizontale, dans la zone de rupture brutale

Des observations au MEB ont été menées sur les faces des éprouvettes rompues ainsi que dans des coupes transversales, afin de tenter de détecter la formation de fissures secondaires en dehors et loin de la zone de rupture. Seules trois fissures hors zone de rupture ont été observées, deux sur éprouvettes Type-P2 inertées verticales et une sur éprouvette Type-P1 non inertée horizontale.

L'une de ces fissures observées après test est photographiée sur la Figure 128-a. Elle s'est amorcée au niveau de l'arête de l'éprouvette. Cette quasi-absence de fissures secondaires détectées laisse supposer que l'augmentation de la dissipation moyenne de l'échantillon est attribuée à des phénomènes d'initiation à une échelle microscopique plutôt qu'à la propagation de fissures, provenant des arêtes.

Les seules bandes de glissement ayant été détectées dans la matrice austénitique sont présentées en Figure 128-b. Elles ont été observées sur une éprouvette de Type-P2 non inertée horizontale ayant été

sollicitée à hautes contraintes, qui a produit la plus forte énergie de dissipation, comme l'indique la *Figure 125-a*.

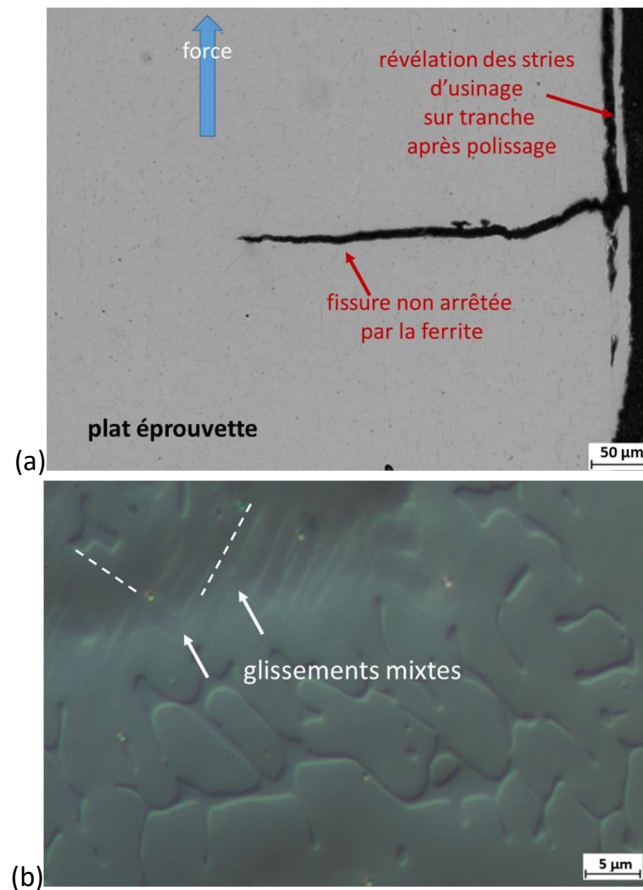


Figure 128 : observations après tests de fatigue : (a) fissure initiée depuis la tranche de l'éprouvette / (b) bandes de glissements après test à hautes contraintes – MO en contraste inter-différentiel

### 3.3.2 Analyses

Bien que le Type-P2 non inerté horizontal n'ait pu être testé en fatigue à la contrainte test de référence, les différents résultats obtenus en cyclage par paliers comme en fatigue semblent indiquer que les conditions d'inertage n'affectent pas significativement le comportement du matériau, sous sollicitation cyclique comme en traction. La *Figure 129* trace pour chaque matériau l'énergie dissipée moyenne par cycle  $\widetilde{w}_{d1}$ , déterminée par interpolation des courbes tracées en *Figure 119-a* dans le cadre des essais de cyclage par paliers, à un chargement correspondant aux limites d'élasticité déterminées au §IV.3.1, plus 30 MPa, niveau de référence des essais de fatigue. Bien que les valeurs d'énergies dissipées soient un peu différentes de celles déterminées à partir des essais de fatigue et représentées sur la *Figure 124-a*, ce résultat permet de confirmer que les niveaux de dissipation aux contraintes de référence sont assez proches pour toutes les éprouvettes, hormis celles des Type-P2 inerté horizontal et Type-P2 non inerté horizontal, qui montrent une activité dissipative plus importante. Ainsi, la protection ou non par inertage de la pièce lors de sa fabrication ne semble pas modifier significativement le comportement du matériau 316L en fatigue. Ceci est en accord avec les métallurgies observées ainsi que les quantités de défauts mesurées, proches entre les matériaux produits avec ou sans inertage.

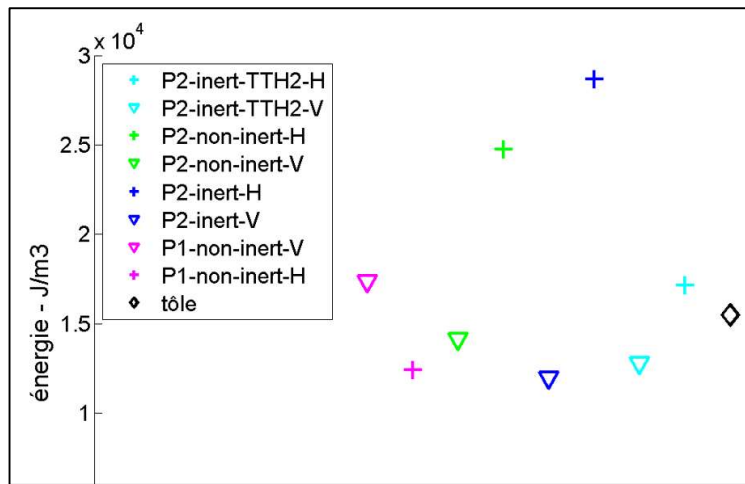


Figure 129 :  $\widetilde{w}_{d1}$  estimée à la limite d'élasticité particulière +30 MPa, niveau de référence, d'après l'interpolation des courbes obtenues en cyclage par paliers

La Figure 125-a montre que l'énergie de dissipation par cycle évolue à la hausse quand les contraintes sont augmentées, et à la baisse quand elles sont diminuées. A amplitude de charge constante, le « niveau d'endommagement » révélé par la dissipation est bien corrélé au niveau de charge. Prenons en exemple le Type-P2 non inerté vertical (courbes vertes à traits pleins) : en augmentant la contrainte maximale de charge de +30 à + 53 MPa par rapport à la limite d'élasticité,  $\widetilde{w}_{d1}$  passe d'une plage de 2-3.10<sup>4</sup> J/m<sup>3</sup> à une plage de 5-6.10<sup>4</sup> J/m<sup>3</sup>. Cette tendance est également observée sur les éprouvettes de Type-P1 non inertée verticale.

En revanche, l'éprouvette de Type-P2 inertée verticale (bleu en trait plein) testée à hautes contraintes ne rend pas compte d'une dissipation supérieure aux éprouvettes de même Type testées à la contrainte de référence. Il est difficile d'interpréter ce résultat contradictoire issu d'une seule éprouvette étant donné la dispersion de comportement couramment observée en fatigue.

On observe également cet effet de la contrainte maximale appliquée sur l'énergie de dissipation en Figure 125-b, qui montre une évolution de l'énergie de dissipation qui suit l'amplitude des « blocs » de contrainte, alternant des niveaux de contrainte élevés et plus faibles. On note également que pour chacun des deux types de blocs, l'alternance n'engendre pas d'évolution significative de  $\widetilde{w}_{d1}$  propre à chacun des niveaux, ce qui semble indiquer qu'il n'y a pas d'évolution de l'« endommagement » du matériau engendrée par l'alternance après un faible nombre de cycles. En effet, les blocs à bas niveau présentent tous une énergie par cycle entre 1,5 et 2.10<sup>4</sup> J/m<sup>3</sup> alors que pour tous les blocs à haut niveau de charges, l'énergie se situe entre 2,5 et 3.10<sup>4</sup> J/m<sup>3</sup>.

La Figure 123-b a révélé l'augmentation de la déformation en fonction du nombre de cycles pour toutes les éprouvettes testées à un niveau de contrainte maximal supérieur de 30 MPa à la limite d'élasticité. Gordon a obtenu des résultats similaires en tests de fatigue à R = 0 sur matériau 304L produit en WAAM [55]. Ce phénomène de Rochet est plus marqué pour les éprouvettes horizontales de Type-P2, pour les deux traitements thermiques. Le Type-P2 horizontal détensionné présente également une forte activité dissipative en fatigue (Figure 124), et également en traction (Figure 111). Il présentait également la différence la plus importante entre sa limite d'élasticité et sa limite d'endurance estimée (Figure 120).

Cette forte dissipation observée sur le Type-P2 inerté horizontal pourrait s'expliquer par la faible texture du matériau dans la direction horizontale, qui favorise les glissements de type planaire, longs une fois leur limite d'élasticité atteinte, dans des grains de type {110}<sub>LTA</sub> [140]. La densité de dislocations dans ces grains serait plus élevée, favorisant leur concentration au niveau des joints ou des interfaces avec la ferrite, provoquant un « endommagement » détectable par l'activité dissipative. Le Type-P1 non inerté horizontal est pour sa part plus texturé selon la direction horizontale, les directions cristallographiques <100> étant principalement orientées dans cette direction. Les dislocations sont alors réparties dans l'ensemble des grains, et leurs concentrations sont alors moins importantes, ce qui pourrait expliquer la moindre dissipation à même niveau relatif de contraintes par rapport à la limite d'élasticité.



L'activité dissipative pourrait de plus être liée à la présence du réseau ferritique, qui en bloquant les glissements, favorise l'augmentation de la densité de dislocations. La diminution du taux de ferrite pour le Type-P2 horizontal ayant subi le traitement TTH2 de mise en solution diminue le nombre d'obstacles aux glissements, et par là même diminue la concentration des dislocations pour une contrainte particulière appliquée de plus 30 MPa au-dessus de la limite d'élasticité. Cette diminution pourrait expliquer la moindre dissipation observée dans les éprouvettes horizontales ayant subi ce traitement TTH2 par rapport aux éprouvettes uniquement détensionnées (*Figure 124*), alors qu'elles présentent également un phénomène de Rochet. Cette explication est également valable pour le Type-P2 vertical mis en solution, qui présente une plus faible dissipation par rapport aux autres Types verticaux.

Concernant les autres éprouvettes verticales, les deux jeux de paramètres Type-P1 et -P2 détensionnés présentent des énergies  $\widetilde{w}_{d1}$  proches. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que dans cette direction, où les textures sont équivalentes pour les deux matériaux, les différences métallurgiques observées au chapitre III ne permettent pas de différencier le comportement en fatigue. Ainsi, avec le traitement de détensionnement, tous les matériaux, hormis le Type-P2 horizontal (inerté ou non) discuté précédemment, présentent des comportements assez similaires lorsqu'ils sont testés en fatigue à leur contrainte de référence, c'est-à-dire avec une contrainte maximale supérieure de 30 MPa à leur limite d'élasticité respective.

Il faut cependant garder à l'esprit que les essais de fatigue ont été réalisés pour chaque type d'éprouvette à des niveaux de contraintes différents, liés à leur limite d'élasticité respective, et que les comparaisons pourraient donc être différentes si l'on se plaçait à un même niveau de chargement pour tous les matériaux. La méthodologie retenue, définissant les niveaux de tests de fatigue à +30 MPa par rapport à la limite d'élasticité de chaque matériau, si elle semble bien adaptée pour étudier les phénomènes d'endommagement dans chaque matériau à travers la mesure des dissipations, ne facilite pas la comparaison entre matériaux.

Cependant, en utilisant les résultats des essais de cyclage par paliers (*Figure 119-a*), et en s'y plaçant à un niveau de contraintes maximales de 342 MPa, qui correspond à la limite d'élasticité +30 MPa du Type-P2 horizontal, on peut ainsi constater que la dissipation des Types-P1 et -P2 horizontal est presque équivalente. Cela laisse supposer un comportement équivalent en fatigue pour ces deux matériaux à ce niveau de contraintes, malgré des limites d'élasticité différentes.

En s'appuyant sur les résultats obtenus en utilisant différents niveaux d'amplitude, ainsi que les travaux sur les tests de cyclage par paliers, on peut ainsi proposer un classement des facteurs d'influence sur la tenue en fatigue. Tout d'abord la présence ou non de ferrite vermiculaire (« effaçable » par traitement thermique), semble être le facteur prépondérant. Ensuite l'orientation des directions de construction des pièces, par rapport à la direction de sollicitation, présente également une grande influence. En revanche, les différences de microstructures obtenues selon les conditions de production des éprouvettes ne semblent pas avoir d'effet significatif sur le comportement en fatigue.

Il faut enfin signaler qu'un facteur potentiel n'a pas été étudié ici, alors que son influence sur le comportement en traction a pu être discuté : la zone de prélèvement des éprouvettes dans l'épaisseur des murs fabriqués.

## **4 Caractérisation thermo-mécanique du TA6V**

***Cette quatrième partie est l'équivalente de la troisième, mais pour le matériau TA6V. Rappelons que deux matériaux sont testés ici, différenciés après fabrication par le traitement thermique.***

## 4.1 Traction

### 4.1.1 Comportement macroscopique

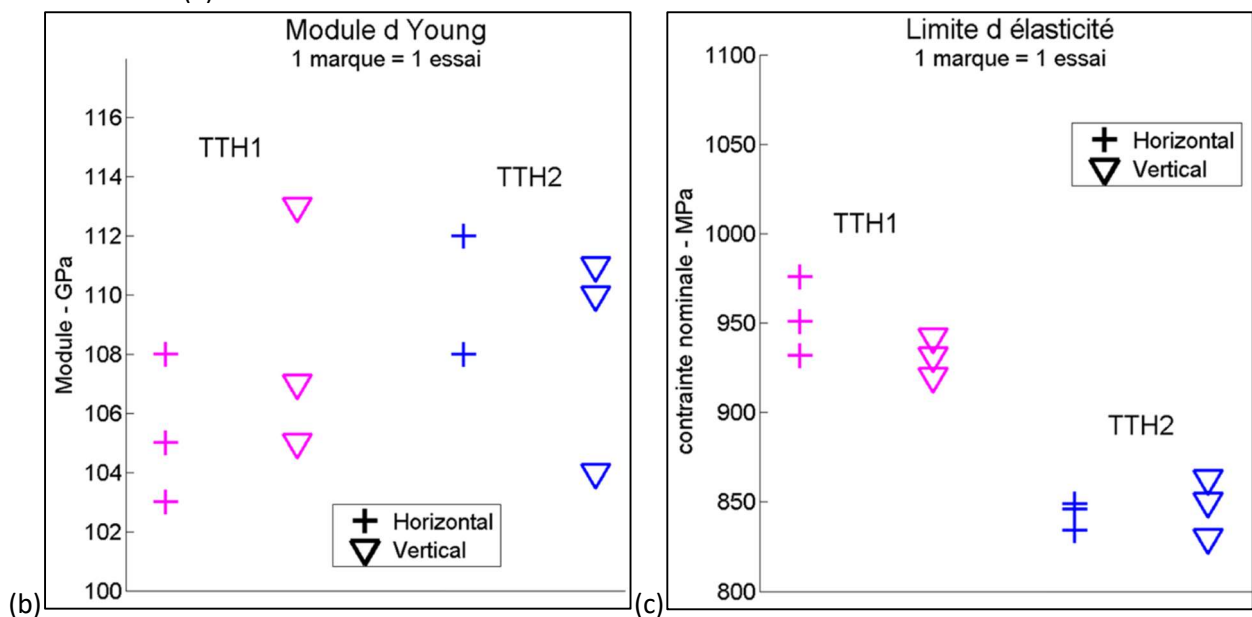
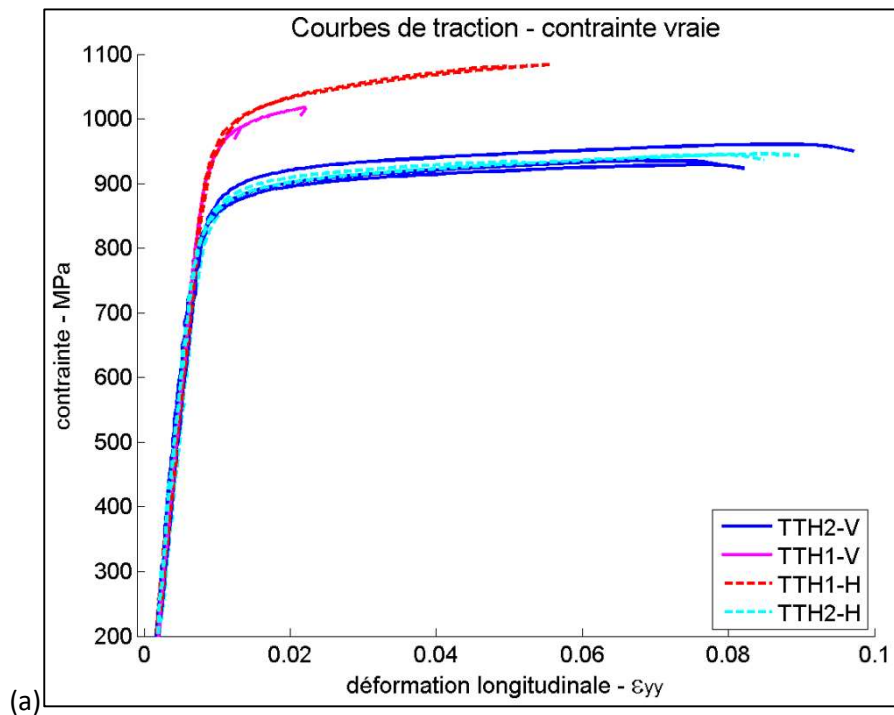
#### Courbes de traction

La Figure 130-a présente les courbes de traction « vraies », avec déformation de Hencky  $\epsilon_{yy}$  et contrainte calculée selon l'équation (6). Afin de différencier les courbes des éprouvettes horizontales et verticales, proches pour un même Type, des couleurs différentes sont employées.

Les graphiques suivants comparent les limites élastiques, les modules d'Young, les résistances mécaniques et pour finir les allongements à rupture.

Deux éprouvettes ont été testées pour chaque matériau et orientation. On peut constater sur les courbes la répétabilité du comportement entre deux éprouvettes équivalentes.

Les éprouvettes Type-TTH1 verticales n'ont pas été rompues, la limite de force de la machine ayant été atteinte. Les valeurs de résistance et d'allongement à rupture ne sont donc pas mesurables.



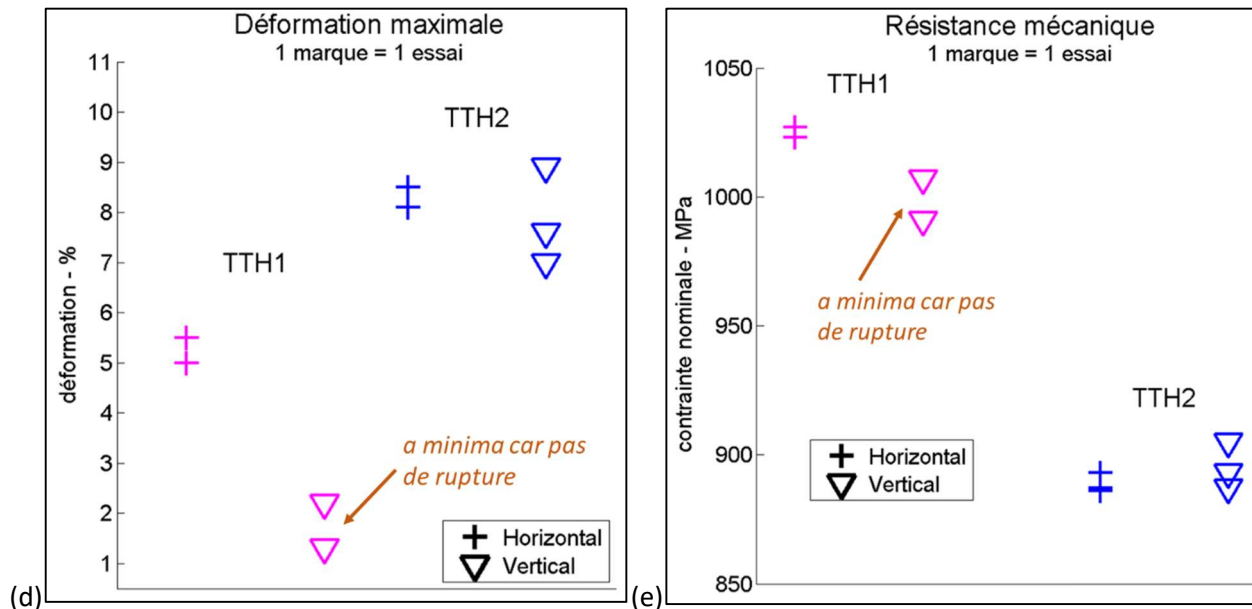


Figure 130 : résultats des essais de traction réalisés sur matériaux TA6V

Pour chacun des traitements thermiques effectués, l'anisotropie entre les directions verticale et horizontale est faible.

Par contre, les deux traitements thermiques mènent à des comportements bien différents entre éprouvettes. Le traitement TTH2 abaisse la limite d'élasticité et la résistance mécanique, tous deux pour une centaine de méga-pascals environ. L'allongement est plus faible sur le Type-TTH1, dans la direction horizontale du moins, n'ayant pas été mesuré jusqu'à rupture pour l'orientation verticale de ce traitement.

### Energies de déformation

La Figure 131-a montre l'évolution des énergies volumiques de déformation plastique moyennées sur l'éprouvette,  $w_{pl}$ , en fonction de la contrainte. Les limites d'élasticité étant atteintes en premier dans les éprouvettes ayant subi le traitement TTH2, on retrouve bien, à même contrainte, une énergie de déformation plus importante sur ces éprouvettes, indépendamment de l'orientation. L'augmentation de l'énergie après passage de la limite d'élasticité y est également plus importante.

### Grandeurs thermo-mécaniques

La Figure 131-b présente l'évolution de l'énergie dissipée moyenne sur l'ensemble de l'éprouvette,  $w_{d1}$ . Les tendances sont identiques à celles observées pour l'énergie de déformation totale. L'augmentation de l'énergie après passage de la limite d'élasticité est encore plus importante sur le matériau ayant subi le traitement TTH2.

Concernant l'énergie stockée, le coefficient  $\beta$  de Taylor Quinney est compris dans la plage de 20 à 45% pour tous les matériaux. Il est évalué sur une plage de déformation peu étendue pour le Type-TTH1, et semble se stabiliser peu après le début de la plastification pour la plage de déformation plus étendue du Type-TTH2.

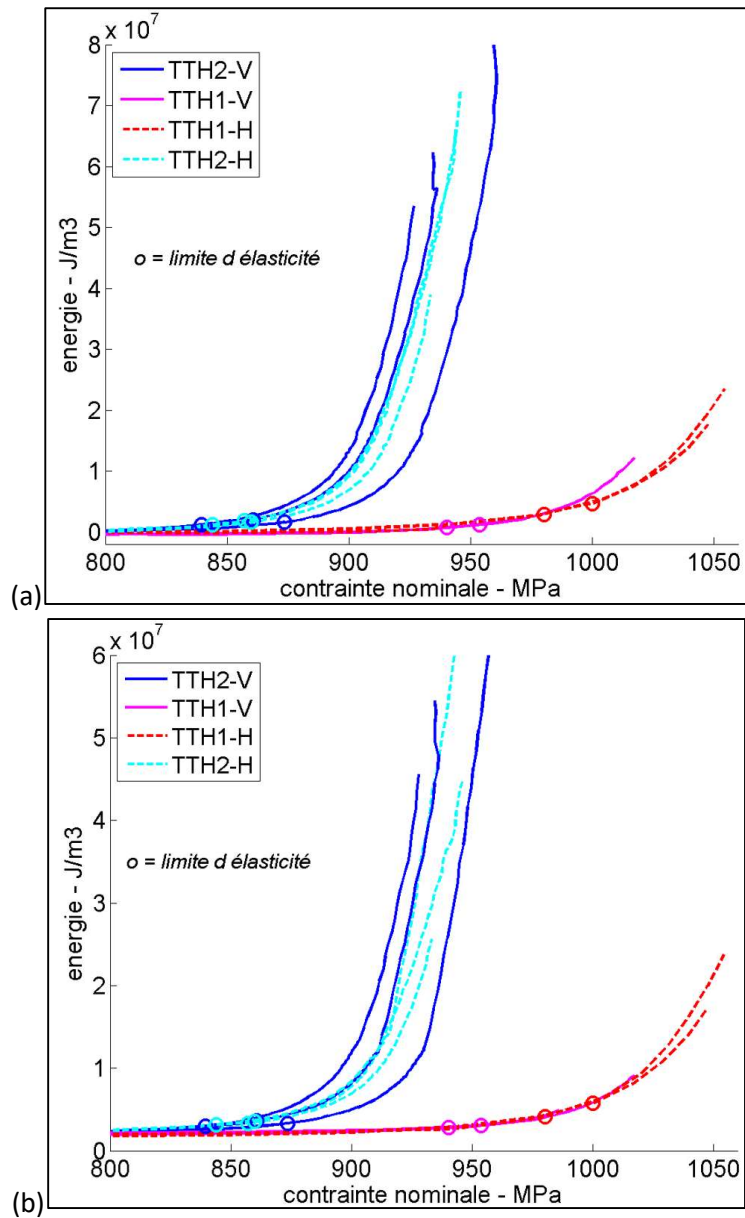


Figure 131 : énergies (a)  $w_{pl}$  / (b)  $w_{d1}$

#### 4.1.2 Comportements locaux

##### Champs de déformation

La Figure 132-a présente les courbes d'énergie de déformation plastique cumulée,  $w_{pl}$ , des différents matériaux selon des zones hautes et basses déformations. Les différences sont faibles entre les différentes zones, bien que le Type-TTH1 horizontal présente une certaine disparité, et une énergie moindre se développant après la plastification macroscopique de l'éprouvette. Les photos prises en fin d'essais, reportées en Figure 132-b, ne montrent pas de fortes déformations locales. Il n'y a pas de zones à fortes striction, mise à part celle de rupture, ni de multiples strictions.

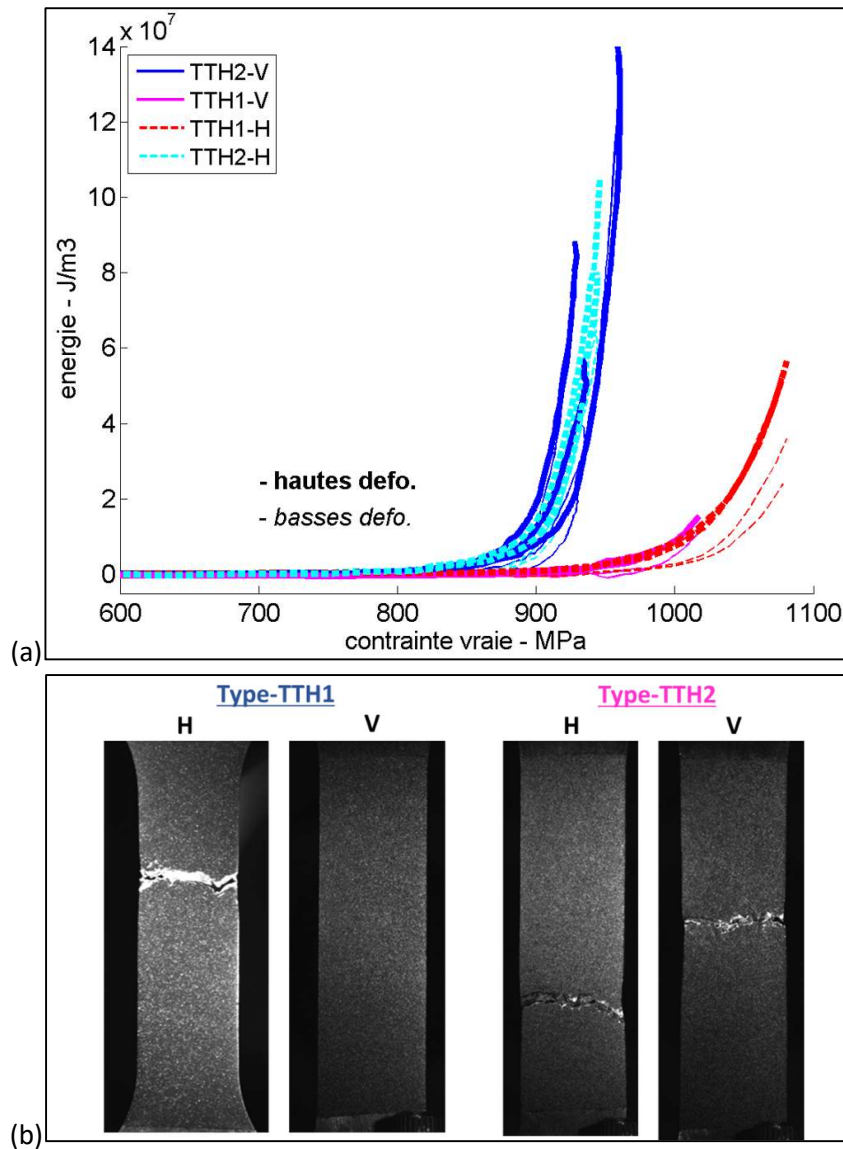


Figure 132 : (a) comparaison des énergies de déformation  $w_{pl}$  selon les zones hautes et basses déformations / (b) photos des éprouvettes en fin d'essais

Afin de comprendre le comportement au sein des grains, des essais de micro-traction à faible déformation plastique ont été réalisés par le LGP sur éprouvettes Type-TTH1, en observant *in-situ* la déformation par corrélation d'images. L'orientation des lamelles alpha a ensuite été déterminée par EBSD, puis un calcul des facteurs de Schmid dans les plans basaux et prismatiques a été réalisé [226]. Les observations sont équivalentes dans le cas de sollicitations horizontale ou verticale. Comme le montre la Figure 133, les plans basaux et prismatiques présentent tous deux des facteurs de Schmid hauts, supérieurs à 0,4. Il est donc supposé que la déformation se développe dans ces deux types de plans.

Les cartographies EBSD révèlent également qu'au sein d'un même ex-grain bêta, il existe deux à trois types de colonies ou zones en panier-tressé. Ces paquets sont différenciables par les orientations cristallographiques communes des lamelles les composant (Figure 133-a-b). Les ex-joints de grains bêta, repérés par un liseré quasi continu de phase  $\alpha_{GB}$ , sont parfois discernables, avec des orientations possiblement différentes des lamelles voisines.

Signalons également que les zones de *banding* ne sont pas identifiées comme des zones se déformant plus, ce qui n'avait pas non plus été observé lors des essais sur éprouvettes macroscopiques.

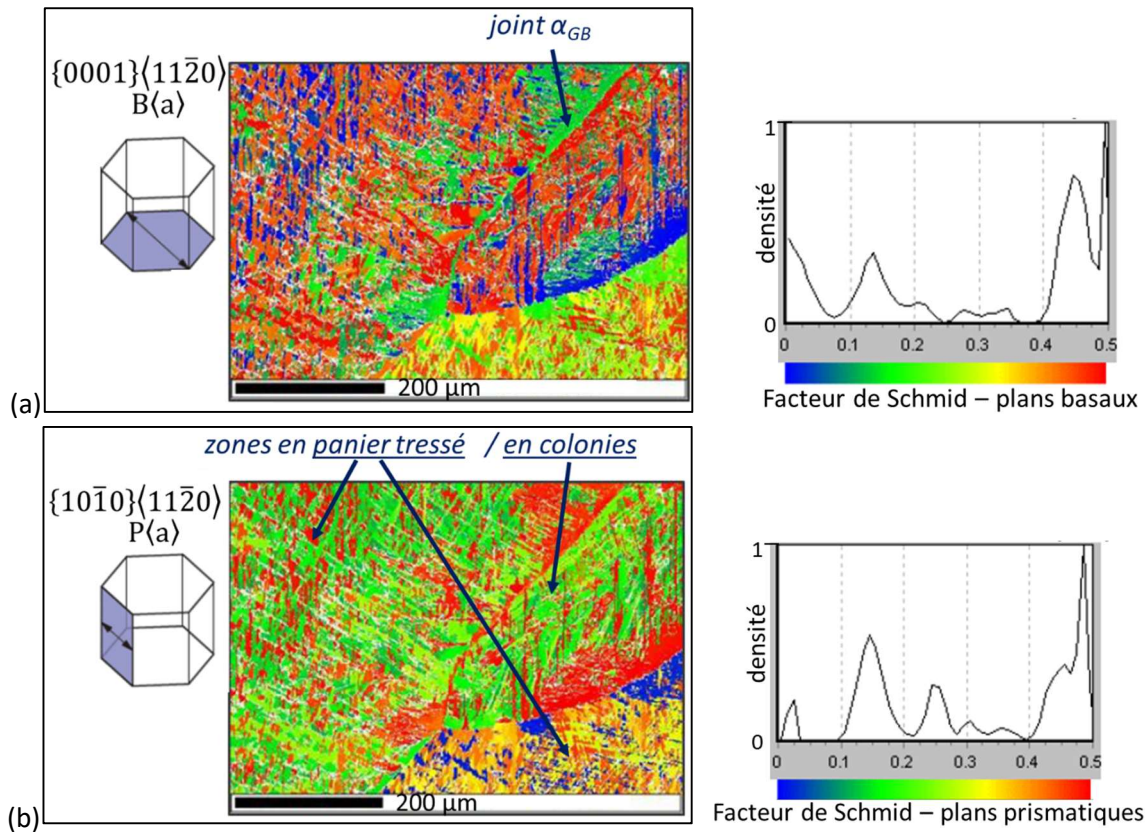


Figure 133 : facteurs de Schmid calculés à partir d'analyses EBSD dans les zones déformées d'éprouvettes de micro-traction sur Type-TTH1-V : (a) plans basaux / (b) plans prismatiques

### Résultats thermo-mécaniques

Les champs de dissipation présentent globalement la même répartition que les champs d'énergies de déformation. Cependant, tout comme pour le 316L, il n'est pas observé de correspondance entre les cartes d'énergie de dissipation et celles de déformation pour les petites surfaces (inférieures à la hauteur d'un cordon) présentant les plus forts gradients de déformation. La Figure 134 trace  $w_{d1}$  pour les deux types de zones considérées hautes et basses déformations. Il n'apparaît pas de différences significatives.

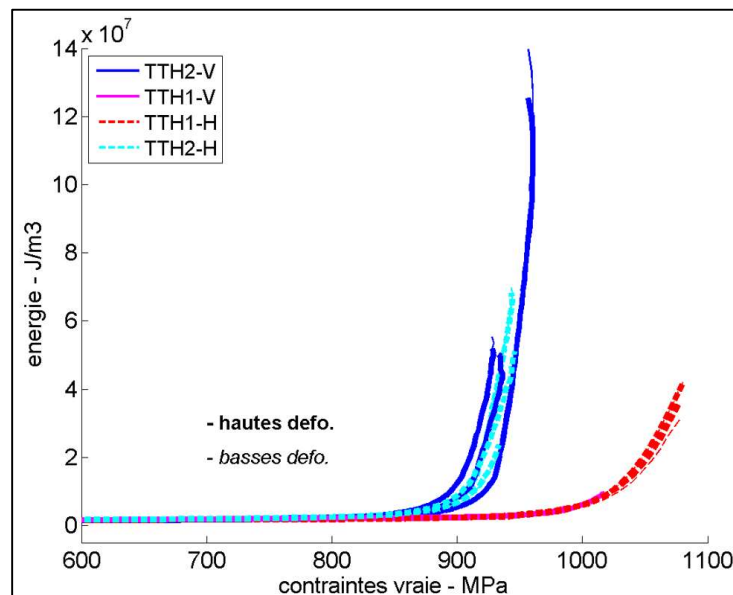


Figure 134 : comparaison des énergies de dissipation  $w_{d1}$  selon les zones hautes et basses déformations

### Zones de rupture et faciès

La Figure 135 montre des macrographies et micrographies d'éprouvettes rompues Type-TTH1. Que ce soit pour la direction de tension horizontale ou verticale, la déformation semble suivre les couches,

l'alternance en *zig-zag* observée sur la *Figure 80* étant discernable. Ce phénomène, observé visuellement sur échantillons rompus, n'a pas été observé par le biais des cartes de déformation, même en toute fin d'essais. Cette alternance en *zig-zag* est également observée sur le Type-TTH2, bien qu'elle soit d'aspect plus diffus.

Certaines fissures observées sur les micrographies se propagent en longeant des ex-joints de grains  $\beta$ , phénomène déjà observé dans la littérature [174]. Elles peuvent ensuite dévier à l'intérieur des ex-grains  $\beta$ .

Dans les éprouvettes verticales, la rupture se produit généralement dans la zone de liaison entre deux couches, en dehors des zones de *banding*.

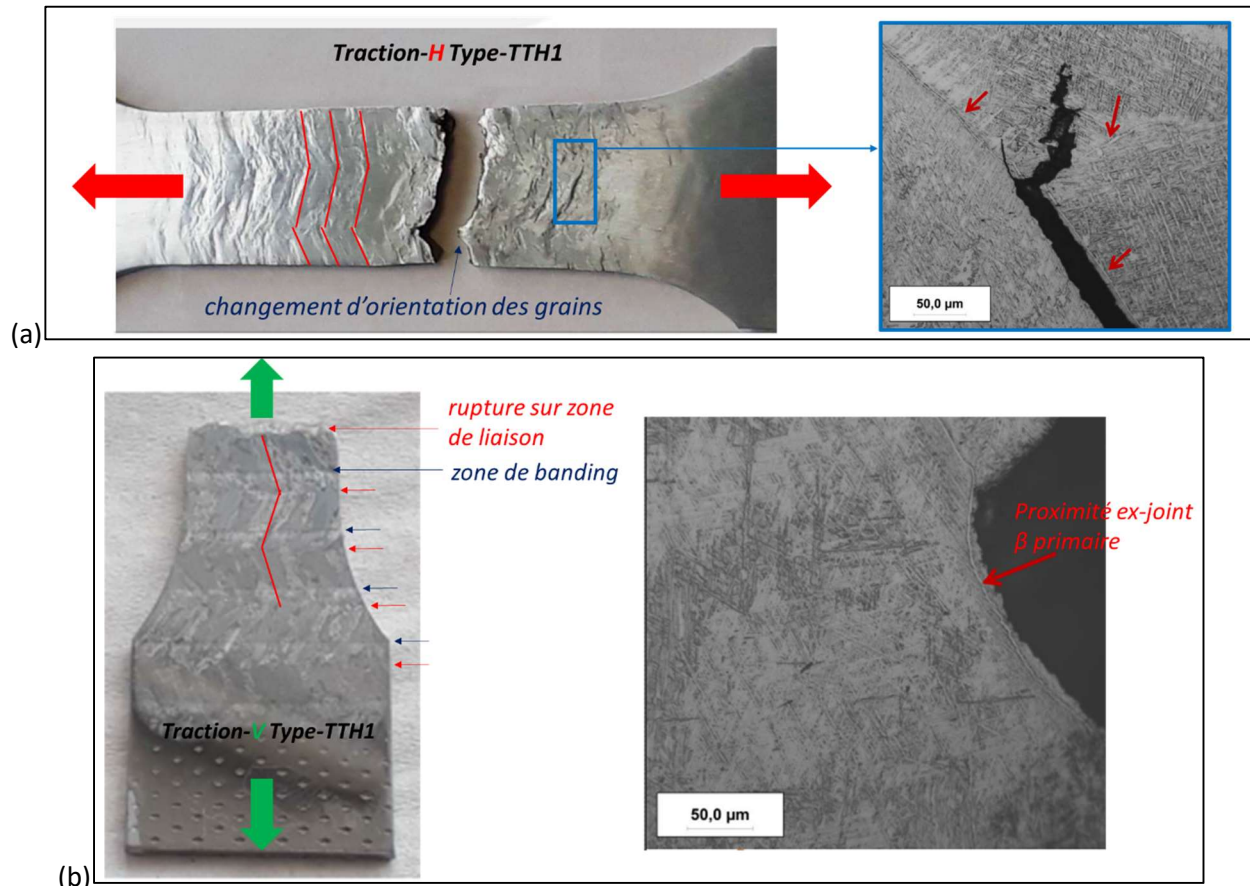
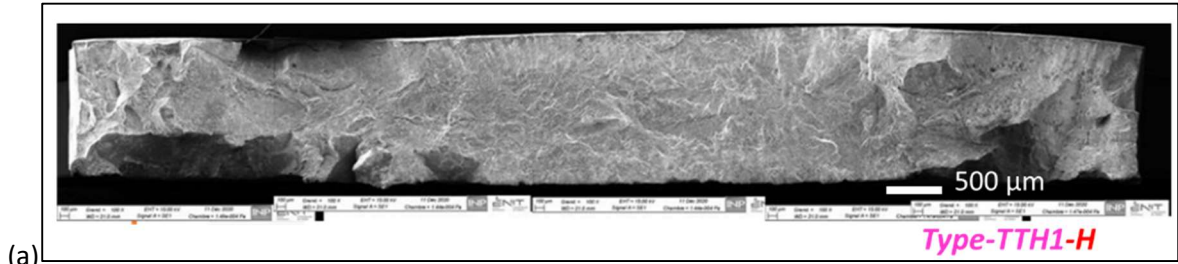


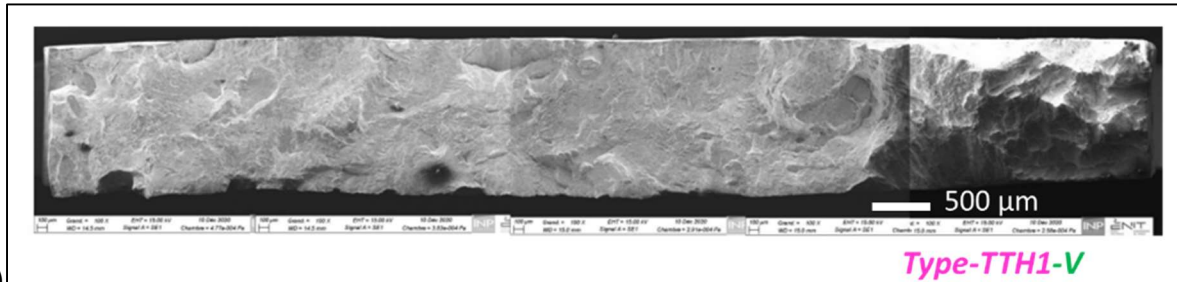
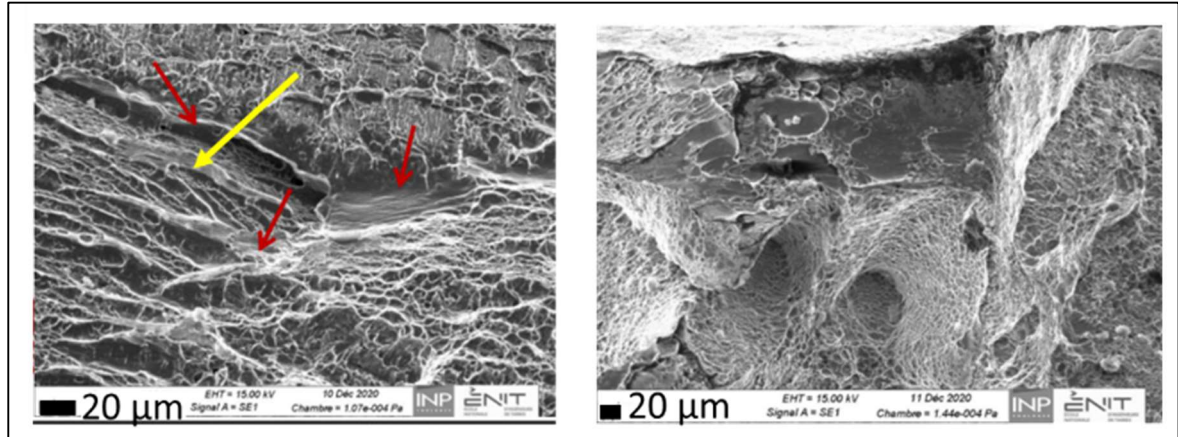
Figure 135 : macrographies des éprouvettes après essais de traction (gauche) et micrographies en zones fissurées (droite) : (a) Type-TTH1-H / (b) Type-TTH1-V

La *Figure 136* montre les faciès obtenus après traction jusqu'à rupture sur les deux Types, dans les deux directions. Tous les matériaux présentent des faciès avec à la fois des facettes et des zones ductiles à cupules.

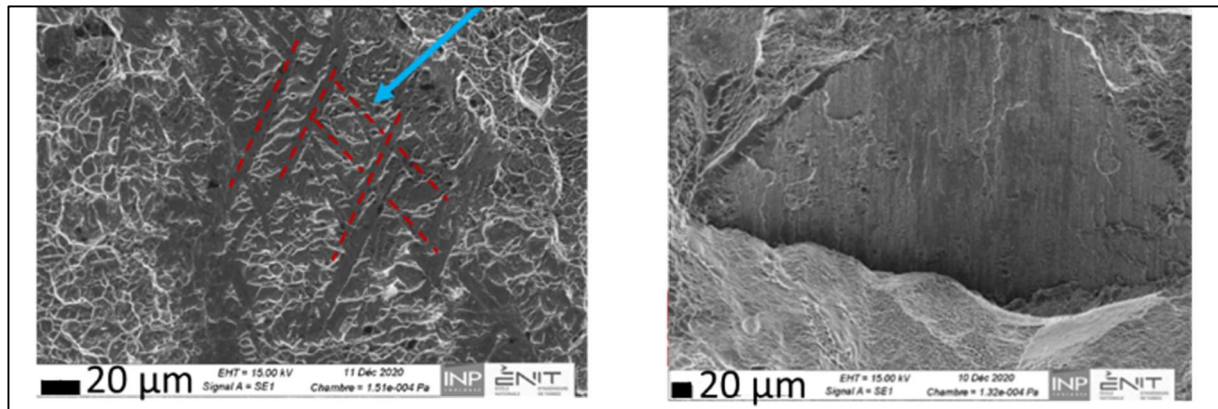
Sur les éprouvettes horizontales, les zones mises en évidence par des flèches jaunes présentent des « canaux » (*Figure 136-a*). Dans cette même direction, pour le Type-TTH2, les canaux sont plus nombreux et grossiers, faisant plus de 20 μm de large (*Figure 136-c*). Sur le Type-TTH1 vertical, une zone mise en valeur par une flèche bleue présente un quadrillage (*Figure 136-b*).



(a)



(b)





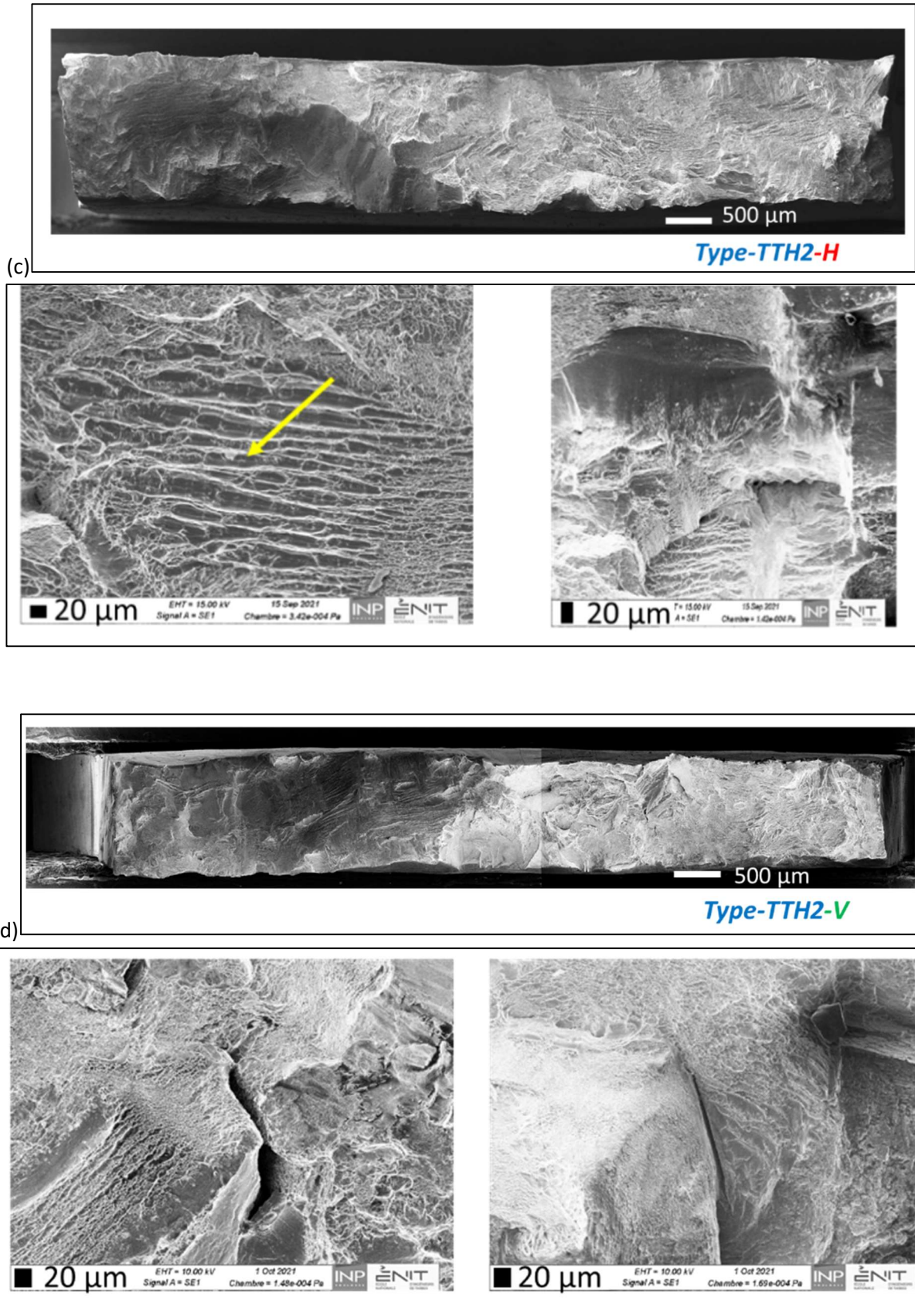


Figure 136 : faciès de rupture observés au MEB après essais de traction sur Type : (a) TTH1-H / (b) TTH1-V / (c) TTH2-H / (d) TTH2-V

**4.1.3 Analyses**

Les modules d'Young mesurés à partir des essais de traction sont relativement proches pour les deux Types, et quelle que soit la direction. La valeur moyenne de ces modules est de  $108 \pm 3$  GPa, en prenant en compte tous les matériaux. Il a été vu dans la bibliographie que selon la direction de sollicitation par rapport à l'orientation cristallographique de la phase alpha, le module d'Young pouvait varier entre 105

et 140 GPa [248]. Les modules d'Young de nos matériaux se rapprochent de celui d'un alliage- $\alpha$  sans texture, présentant un module de 110 GPa [249]. On peut ainsi d'ores et déjà faire l'hypothèse que les matériaux sont peu texturés.

Pour chaque Type de matériau, les limites d'élasticité sont également très proches dans les deux directions de sollicitation. Ce comportement relativement isotrope pourrait s'expliquer par la multiplicité des variants d'orientations de lamelles de phase alpha, pouvant se développer au sein d'un même ex-grain primaire  $\beta$ . En effet, les lamelles formant les structures alpha présentent au moins deux à trois orientations cristallographiques différentes au sein de chaque grain (*Figure 133*), et chaque grain semble composé de variants différents. A l'échelle de l'éprouvette, il ne semble pas y avoir d'orientation préférentielle.

Cependant pour le Type-TTH1, la limite élastique dans la direction verticale est un peu plus faible que celle mesurée dans la direction horizontale, de 20 MPa environ. Cette légère baisse pourrait provenir de la zone de *banding* qui, comme présenté en *Figure 135-b*, forme des bandes horizontales de structures avec tailles de lamelles alpha un peu différentes, en fonction de la température atteinte dans les couches sous-jacentes lors du dépôt des couches suivantes. La zone de *banding* n'est cependant pas identifiée comme se déformant plus lors des essais de traction ou de micro-traction. Cette baisse de la limite élastique pourrait également s'expliquer par la zone de liaison horizontale entre couches, identifiable par le changement d'orientation en *zig-zag* des grains, et pouvant ainsi concerner une section entière sur éprouvette verticale. Cette alternance d'orientation des grains produit également une déformation en *zig-zag* (*Figure 135-a*). Ceci indique un comportement à la traction différent entre couches, qui pourrait s'expliquer par les différentes orientations cristallographiques des différentes colonies formées au refroidissement.

Cette zone de liaison a en effet été identifiée comme étant la zone de rupture des éprouvettes verticales (*Figure 135-b*), et on peut donc aussi penser qu'elle s'est déformée avant le reste de l'éprouvette, bien que cela ne soit pas clairement mis en évidence sur les cartes de déformation, comme c'était le cas pour le 316L.

La *Figure 137* montre le chemin possible de propagation des fissures le long des joints  $\alpha_{GB}$  dans les éprouvettes horizontales, dont un exemple est donné en *Figure 135-a* avec comme souvent remarqué localement des lamelles fortement orientés par rapport aux joints  $\alpha_{GB}$ , ou dans la zone de liaison proche de la ligne de fusion dans le cas des éprouvettes verticales.

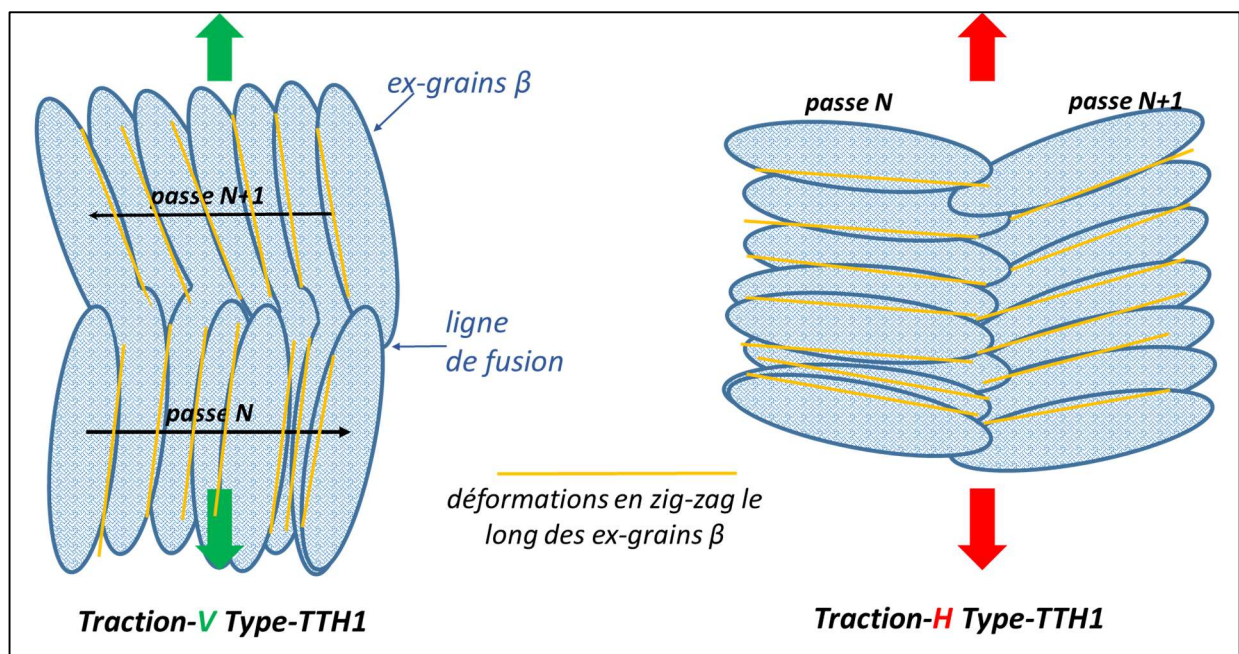


Figure 137 : schéma expliquant la propagation de fissures sur la ligne de fusion ou le long des joints  $\alpha_{GB}$

Quelle que soit l'orientation, les éprouvettes de Type-TTH2 présentent une limite d'élasticité plus basse d'une centaine de méga-pascals par rapport au Type-TTH1. Le traitement TTH2, effectué à 1020°C, produit

une forte augmentation de la largeur des lamelles alpha, qui est approximativement triplée après traitement. Ce grossissement augmente la longueur des glissements. De plus, au sein des éprouvettes de Type-TTH2, les lamelles alpha sont rassemblées en colonies, lamelles de mêmes orientations cristallographiques, ce qui facilite la transmission du glissement entre ces lamelles, contrairement au Type-TTH1 dont l'enchevêtrement en *panier-tressé* diminue la cohérence cristallographique. Le glissement facilité abaisse la contrainte seuil de plasticité du Type-TTH2.

Lorsque la contrainte dépasse la limite d'élasticité, la déformation plastique se produit avec un écrouissage assez faible, témoignant du peu de systèmes de glissement présents au sein de la phase hexagonale compacte. L'énergie stockée est faible, l'énergie plastique étant majoritairement dissipée par mouvement des dislocations, peu arrêtées du fait du peu de glissements déviés possibles dans cette phase hexagonale compacte.

L'énergie dissipée est plus élevée pour le Type-TTH2. Cette dissipation plus importante peut provenir d'une taille de grains plus importante [196] et d'une transmission facilitée par la présence de colonies à lamelles grossières, permettant le déplacement des dislocations sur de longues distances.

Tous les matériaux présentent sur les faciès de rupture des zones ductiles, et des zones avec facettes. Le comportement est mixte, à la fois plastique-fragile et plastique-ductile. Les zones fragiles à facettes sont *a priori* dues à des macro-zones contenant des lamelles et/ou colonies larges, subissant une rupture par clivage dans les plans basaux alors mal orientés [163][166][167], identifiés par le calcul des hauts facteurs de Schmid.

Les « canaux » observés sur les faciès (*Figure 136*) proviennent ainsi vraisemblablement, au vu de leurs tailles, de la rupture de lamelles, probablement au sein de colonies de lamelles parallèles. Le quadrillage observé sur le faciès de rupture d'une éprouvette de Type-TTH1 verticale, également présenté en *Figure 136*, semble être la trace de la rupture des lamelles dans une zone en *panier-tressé*.

Les zones ductiles proviennent quant à elles de ruptures des lamelles, dont les orientations permettent une déformation plastique suffisante.

## 4.2 Cyclage par paliers

Les conditions de tests et le traitement des données sont les mêmes que pour le 316L, seuls les niveaux des paliers sont différents, et sont identifiés sur la *Figure 138-a*.

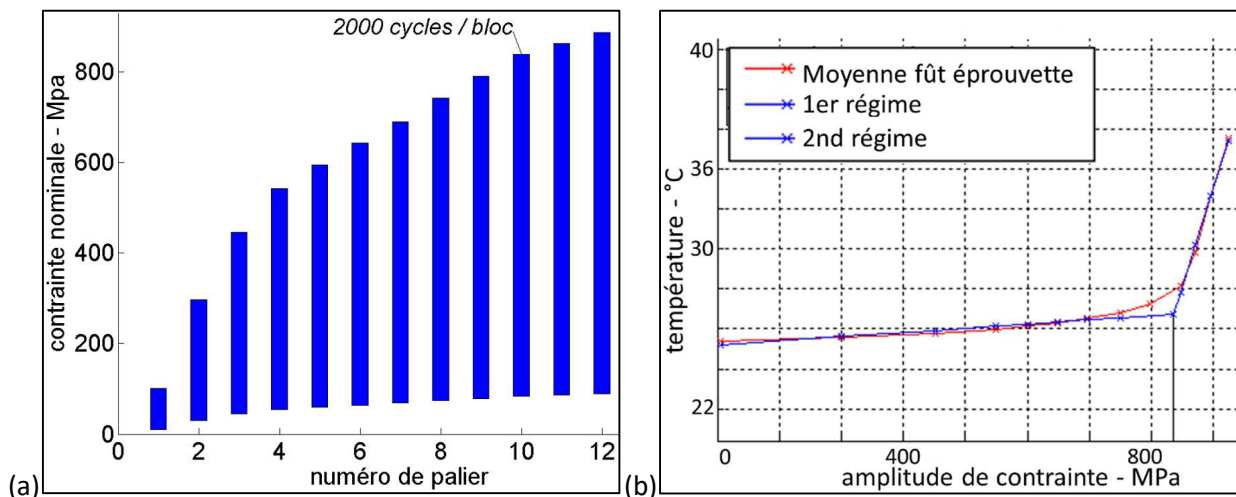


Figure 138 : TA6V : (a) description de l'essai de cyclage par paliers / (b) exemple de l'estimation de la limite d'endurance par la méthode des tangentes utilisant la température

### 4.2.1 Estimation rapide des limites d'endurance par « auto-échauffement »

Les limites d'endurance estimées par « auto-échauffement » et par le biais de la méthode des tangentes sont répertoriées sur la *Figure 139* pour les différents matériaux. Pour rappel, il n'a pas été identifié de travaux utilisant cette méthode sur alliage de titane lors de l'étude bibliographique.

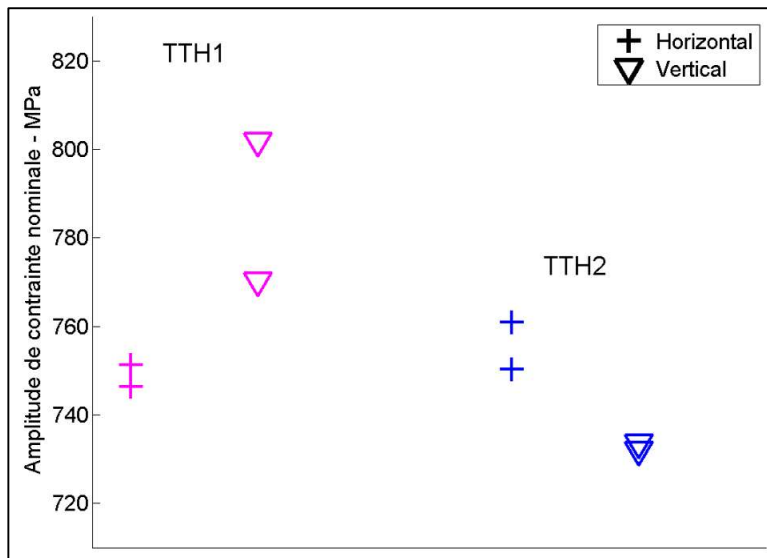


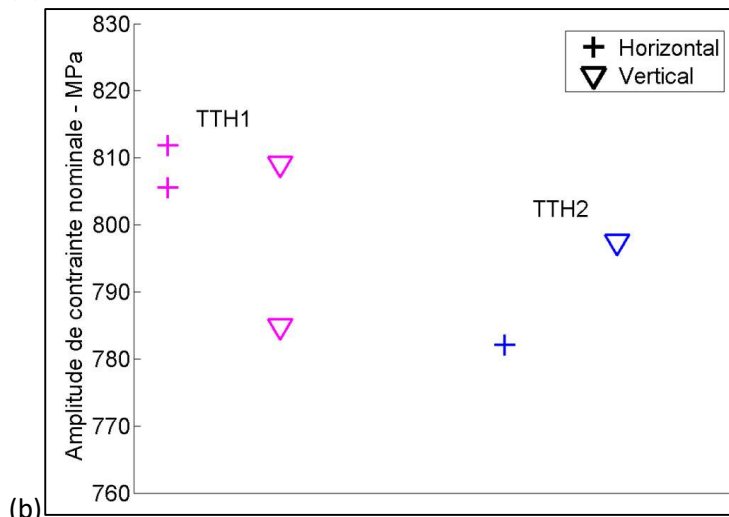
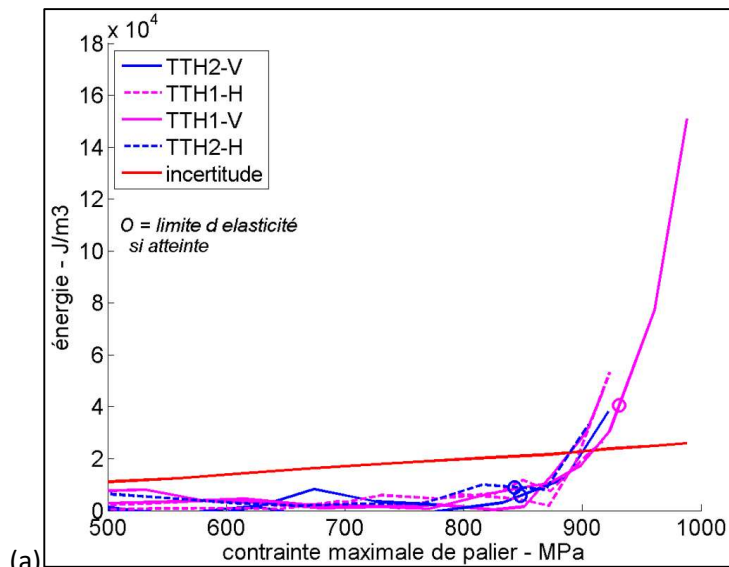
Figure 139 : limites d'endurance estimées sur courbes « d'auto-échauffement »

#### 4.2.2 Résultats thermomécaniques

##### Comportements macroscopiques

De la même manière que pour le 316L, l'évolution de la dissipation est tracée Figure 140-a, et la détermination des limites d'endurance en résultant est tracée Figure 140-b. La différence entre cette limite et la limite d'élasticité est également donnée en Figure 140-c.

Enfin, l'observation du module d'Young ne révèle pas d'évolution significative au cours des essais.



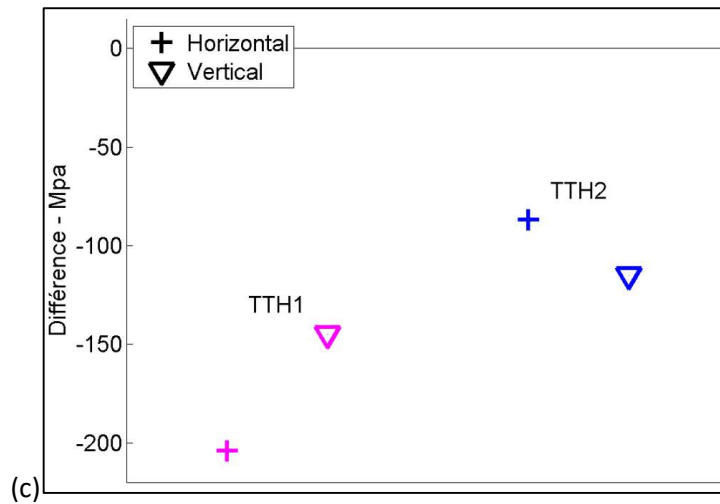


Figure 140 : (a) évolution de  $\widetilde{w}_{d1}$  moyen au cours des essais de cyclage par paliers / (b) limites d'endurance estimées sur courbes  $\widetilde{w}_{d1}$  / (c) différence entre la limite d'endurance estimée sur courbes  $\widetilde{w}_{d1}$  et la limite d'élasticité (moyenne)

### Comportements locaux

Les courbes  $\widetilde{w}_{d1}$  sont tracées en Figure 141 dans des zones de hautes et basses déformations : il est globalement bien observé que les zones se déformant le plus dissipent également plus. Une plus grande hétérogénéité de dissipation est aussi observée entre les zones hautes et basses déformations relativement à ce qui est observé en essais de traction, et ceci pour les deux Types de traitements thermiques.

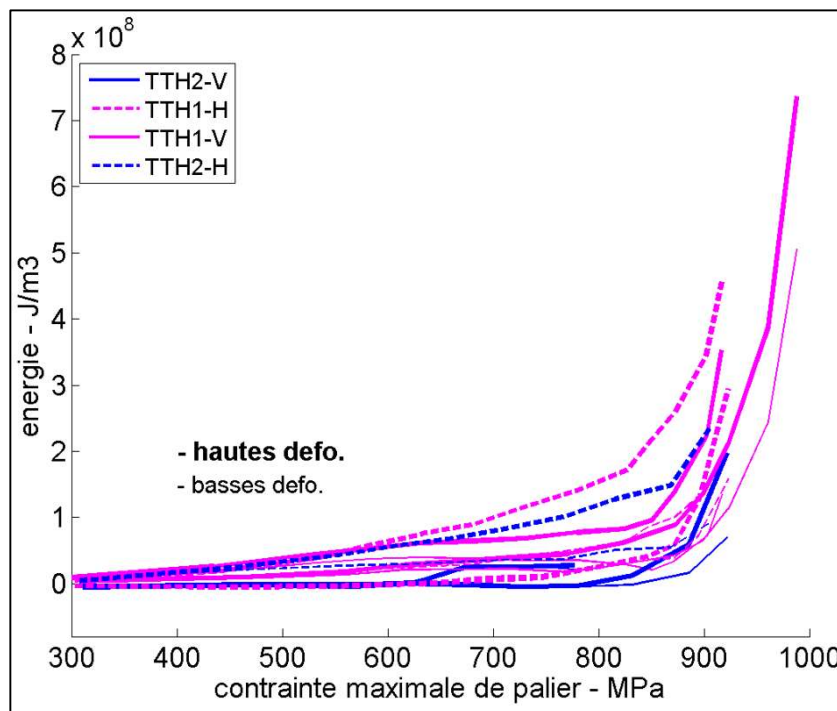


Figure 141 : comparaison des énergies de dissipation  $w_{d1}$  entre zones de basses et hautes déformations, selon le Type et l'orientation

### 4.2.3 Analyses

Les différences de limites d'endurance entre les matériaux sont plus marquées lorsque l'estimation est réalisée en utilisant la température. On pouvait pourtant s'attendre à des résultats proches avec les deux méthodes d'estimation, utilisant la température ou  $\widetilde{w}_{d1}$ , la faible conductivité thermique du titane pouvant mener, en cas de sources dissipatives localement importantes, au développement de « points chauds » locaux, remarquables malgré l'environnement.

D'après les limites d'endurance estimées avec le calcul de  $\widetilde{w}_{d1}$  (cf. Figure 140-a-b), il est difficile de confirmer une tendance claire entre les éprouvettes. En effet, ces limites ne diffèrent que de quelques

dizaines de méga-pascals d'un Type à l'autre, et de plus une seule éprouvette est utilisée dans certains cas. La seule tendance, confirmée avec la méthode utilisant les températures (cf. *Figure 139*), semble être la différence entre les traitements, le Type-TTH1 présentant des plus hautes limites d'endurance. En s'appuyant sur les mêmes explications présentées au §IV.4.1.3 traitant de la traction, et principalement les différences de morphologies et de tailles des lamelles formées selon le traitement thermique, on peut supposer que les phénomènes de plasticité et d'endommagement sont perceptibles à plus basses contraintes sur le Type-TTH2.

Cependant, comme le montre la *Figure 140-c*, les éprouvettes ayant subi le traitement TTH1 présentent une limite d'endurance estimée inférieure à la limite d'élasticité d'environ 170 MPa (environ 15%), alors que la baisse n'est que de 100 MPa dans le cas du traitement TTH2. Les mécanismes révélés par la dissipation sont perceptibles à plus basse contrainte en cyclage qu'en traction monotone, d'autant plus pour le traitement TTH1. On peut supposer que localement, bien qu'en traction l'activité dissipative soit faible sous la limite d'élasticité, des évolutions microstructurales mettent en œuvre, en cyclage, une activité dissipative. Les particularités du matériau traité TTH1 pourraient ainsi mener à une diminution plus importante de la limite d'endurance estimée par rapport à sa limite d'élasticité, comparé au matériau traité TTH2. Ces particularités propres au matériau TTH1, telles que la présence plus marquée de la ligne de fusion et de phase  $\alpha_{GB}$  au niveau des ex-joints de grains bêta, la morphologie plus prononcée en *zig-zag* des grains au travers des couches, ou encore la présence de structures en *panier-tressé*, peuvent être la cause d'endommagements et de mécanismes de déformation particuliers.

### 4.3 Fatigue

Les conditions de tests sont les mêmes que pour le 316L, seuls les niveaux des contraintes diffèrent. Sur chacune des courbes d'évolution de la déformation ou de l'énergie tracée en fonction du nombre de cycles, représentées en échelle logarithmique, chaque point correspond à un moment d'acquisition. Il a été décidé de tester toutes les éprouvettes aux mêmes contraintes dans un premier temps. La contrainte maximale de 770 MPa est choisie, elle est en deçà de la limite d'élasticité minimale mesurée en traction, à savoir 843 MPa pour le Type TTH2 d'orientation horizontale.

#### 4.3.1 Résultats

Contrairement au 316L, les essais ont tous été menés jusqu'à la rupture.

La *Figure 142* trace l'évolution de la déformation maximale au cours de l'essai de chaque échantillon testé. Chaque courbe correspond à une éprouvette testée.

Les déformations les plus basses sont observées pour le Type-TTH1 horizontal, qui présente la plus haute limite d'élasticité, à 952 MPa. Les Type-TTH1 vertical, ayant une limite d'élasticité de 933 MPa, se déforment plastiquement jusqu'à hauteur de 0,6%, dès quelques cycles et sans évoluer par la suite. La déformation évolue en cours d'essai uniquement pour les échantillons Type-TTH2, avec un maximum pour l'orientation verticale jusqu'à plus de 1 % : il y a alors phénomène de Rochet.

Les graphiques de la *Figure 143* mettent en évidence des mécanismes dissipatifs des éprouvettes au fil des essais, par le calcul de l'énergie de dissipation cyclique  $\widetilde{w}_{d1}$ . La *Figure 143-a* présente les résultats d'essais à la contrainte de référence 770 MPa. Le Type-TTH2 dissipe plus que le matériau issu du traitement TTH1. Concernant les orientations, il ne semble pas se dégager de tendance pour un même matériau.

La *Figure 143-b* présente uniquement les résultats pour le Type-TTH2, mais sont présentés, en plus des essais à la contrainte maximale de référence, des tests effectués à plus haute (843 MPa – limite élastique du Type-TTH2-H) ou basse contrainte (720 MPa). Les éprouvettes moins sollicitées dissipent le moins, celles plus sollicitées dissipent le plus. La sollicitation à haute contrainte mène à un accroissement rapide de la dissipation, ainsi qu'à une rupture des échantillons après quelques milliers de cycles, d'autant plus dans la direction verticale, bien que le peu d'échantillons testés ne permette pas de confirmer une tendance.

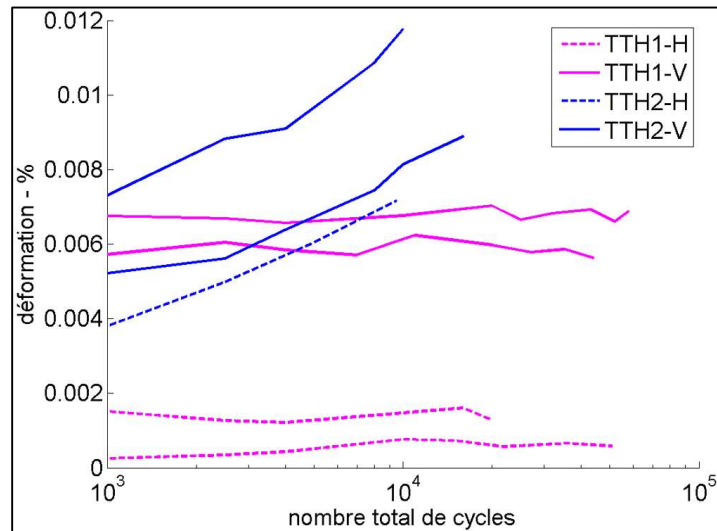


Figure 142 : déformation plastique maximale des échantillons au cours des essais de fatigue

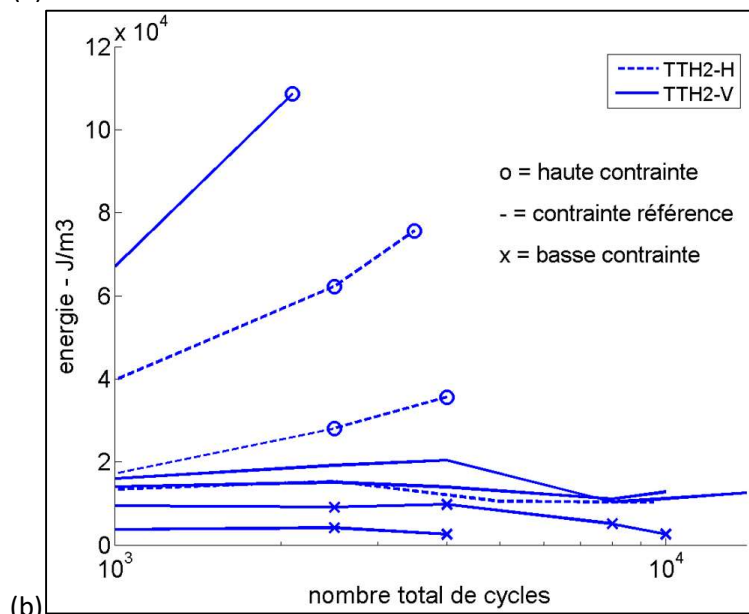
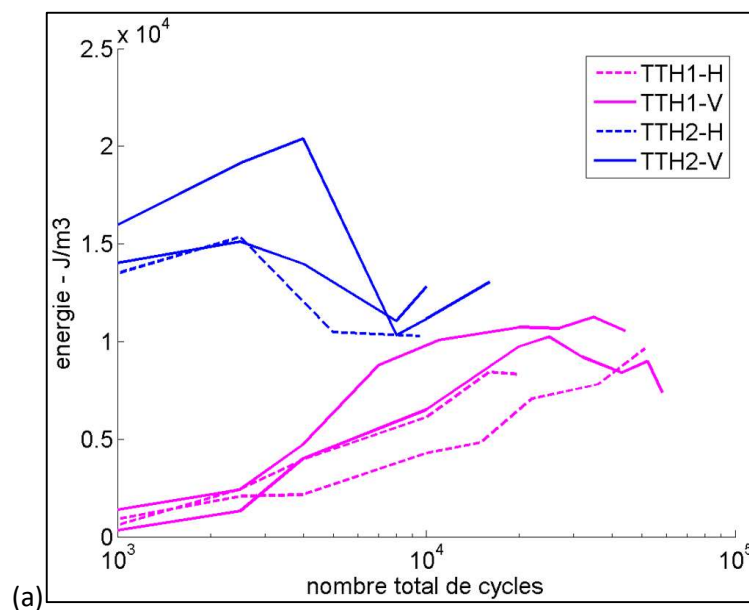


Figure 143 :  $\widetilde{w}_{d1}$  : (a) échantillons testés au cycle de contrainte de référence ( $\sigma_{max} = 770$  MPa) / (b) échantillons testés à différents niveaux de  $\sigma_{max}$

Les modules d'Young n'ont pas évolué significativement, et ne sont pas tracés.

Les bandes de glissements ont été mesurées en surface, à la fin du test après rupture des échantillons. La résolution employée est de 1.3 pixels par  $\mu\text{m}^2$ . Chaque zone présentant au moins une bande de glissement est comptabilisée comme une zone ayant glissé, sans distinguer sa taille. Pour chacune des éprouvettes, le *Tableau 18* présente le nombre de zones où des bandes de glissements sont repérées, et en sommant les tailles de ces zones, le pourcentage surfacique total où la présence de *BGP* est calculée. La distance maximale au faciès de rupture où les *BGP* sont encore observées est également reportée. Le nombre de cycles à rupture n'étant pas équivalent, les résultats sont à interpréter avec précaution.

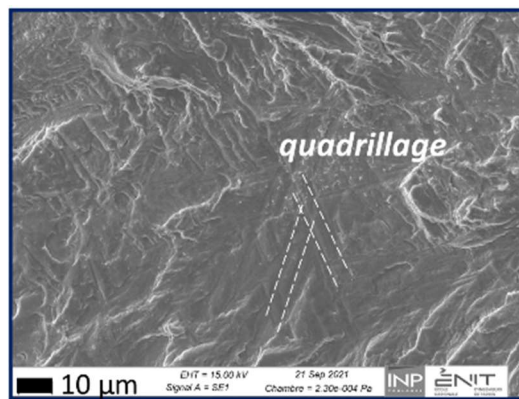
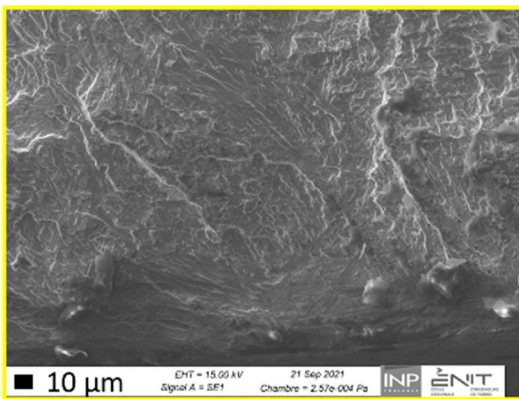
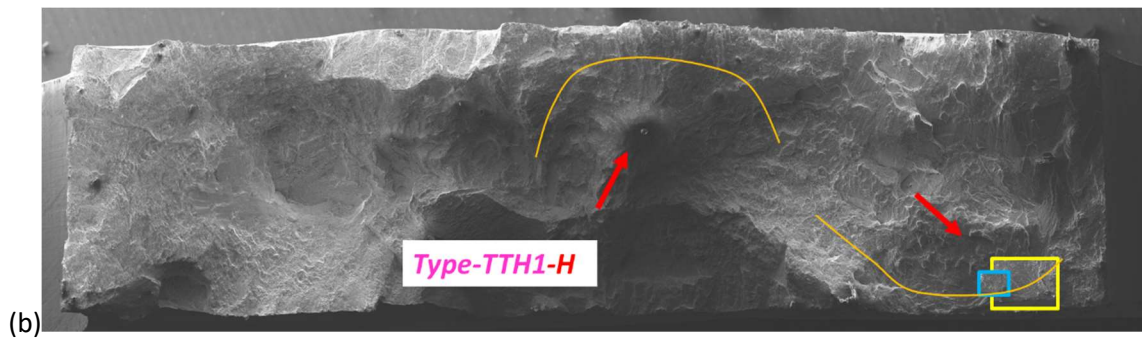
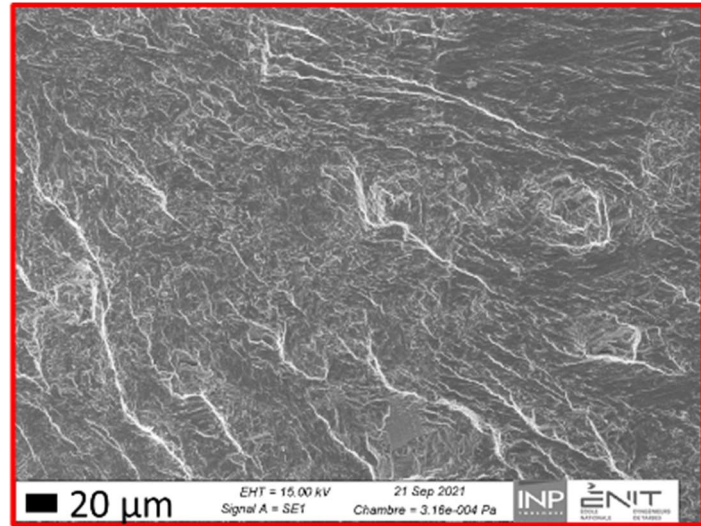
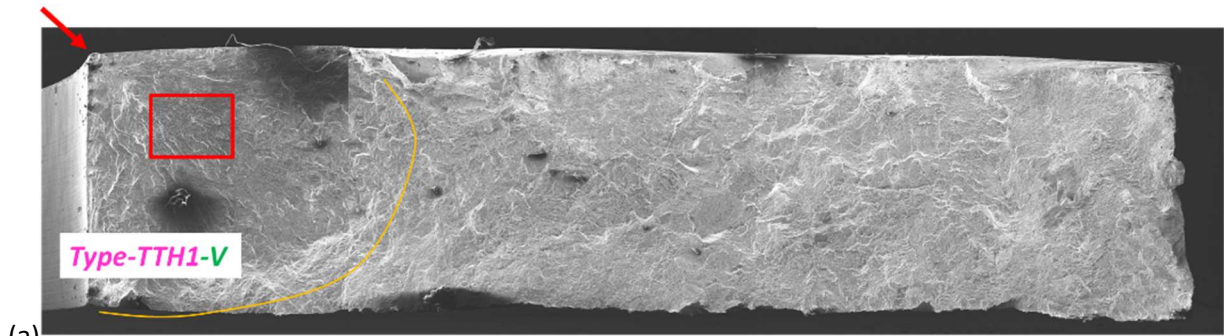
Il est observé que, globalement, l'augmentation du niveau de contrainte augmente le pourcentage de surface affectée par des bandes de glissements, ainsi que la distance maximale à la zone de rupture. Sur ces deux critères, le Type-TTH2 surpasse globalement le Type-TTH1. Enfin, l'orientation verticale mène globalement à un pourcentage de surface de glissements supérieur à celui de l'orientation horizontale.

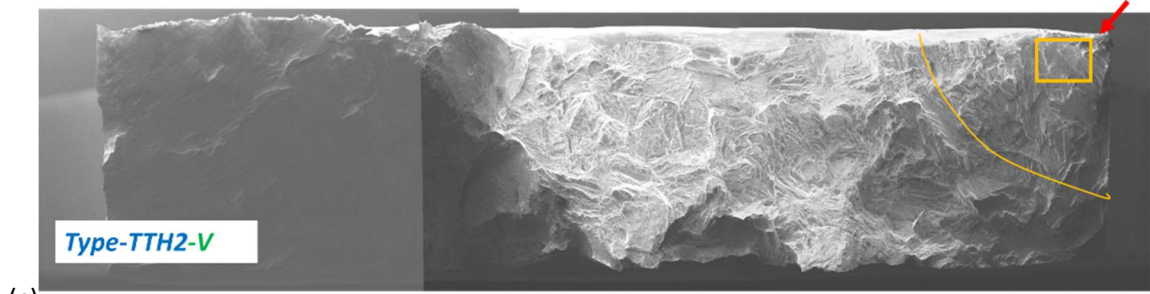
$\sigma_{\text{max}}$ (Mpa)	Type	nombre de cycles à rupture atteints (milliers)	nombre de zones où <i>BGP</i> observées	% surfacique de présence de <i>BGP</i>	distance maximale au faciès de rupture où présence de <i>BGP</i> (mm)
720	TTH1 -H	73	17	2,8	2,49
	TTH1 -V	62	17	2,8	1,86
	TTH2 -V	10	13	3,2	6,53
770	TTH1 -H	29	21	0,7	0,78
	TTH1 -V	59	46	2,1	5,9
	TTH2 -H	11	37	3,3	10,1
	TTH2 -V	19	40	8,4	8,08
843	TTH2 -H	4	83	4	10,56
	TTH2 -V	3	60	11,1	10,49

*Tableau 18 : résultats des mesures de bandes de glissement en surface des éprouvettes après tests de fatigue – toutes les mesures sont faites après rupture*

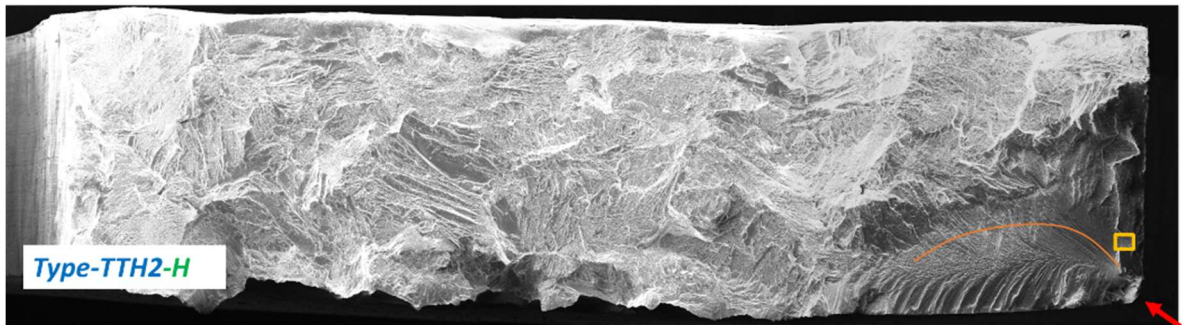
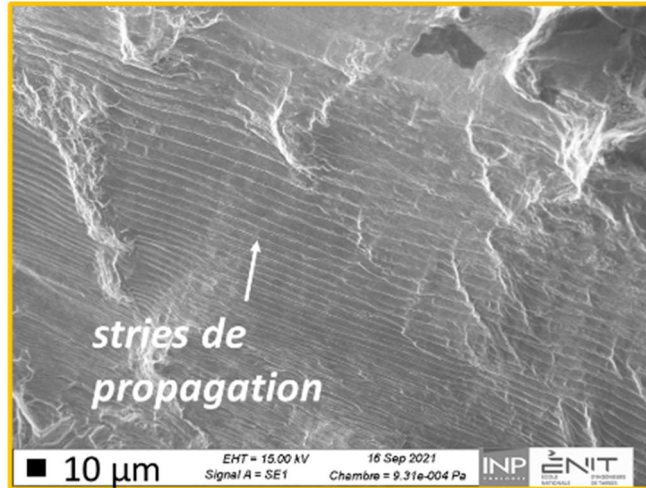
Les éprouvettes ont été observées au *MEB* afin d'étudier les faciès de rupture dont certains sont reportés en *Figure 144*. Tout comme pour le *316L*, les faciès indiquent que les ruptures sont attribuées à des fissures initiées sur les arêtes des éprouvettes. L'augmentation de la dissipation moyenne de l'échantillon n'est pas attribuée à la propagation finale, car celle-ci n'intervient qu'en toute fin d'essais, mais bien à des phénomènes microscopiques.







(c)



(d)

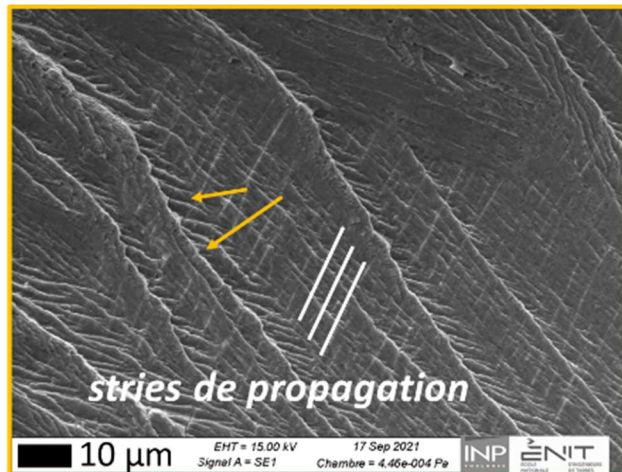


Figure 144 : faciès de rupture suite à tests à  $\sigma_{max} = 770$  MPa pour les Types: (a) TTH1-V / (b) TTH1-H / (c) TTH2-V / (d) TTH2-H

Le faciès de l'échantillon Type-TTH1 horizontal présente deux sites d'initiation dans le volume. Les expertises menées n'ont cependant pas permis de déterminer la nature du défaut.

Sur ce matériau traité TTH1, des « rivières » sont visibles sur les faciès, ce sont des zones de clivage. Les stries de propagation, classiquement observées lors de ce stade du phénomène de fatigue, sont difficiles à détecter, elles sont fines.

Des zones de clivage formant des quadrillages ont été observées, témoignant de la présence de la structure de lamelles alpha en *panier-tressé*.

Le Type-TTH2 présente des stries de propagation plus espacées. Sur les clichés présentés concernant l'orientation horizontale, le faciès semble révéler des joints de lamelles qui sont presque perpendiculaires par rapport aux lignes de propagation.

Pour les deux Types, les analyses ont révélé moins clairement la présence de facettes sur les faciès que ce qui a été observé lors des essais de traction.

### 4.3.2 Analyses

Les résultats mis en avant par la *Figure 143-b* montrent que l'énergie dissipée par cycle évolue à la hausse quand les contraintes sont augmentées, et à la baisse quand elles sont diminuées. A amplitude de charges constante, les irréversibilités semblent donc bien corrélées au niveau de contrainte maximal. Dans le cas du Type-TTH2 horizontal testé à haut niveau de contrainte, ici 843 MPa soit la limite élastique, la dissipation cyclique est environ quatre fois plus élevée que celle mesurée au niveau de référence, et évolue de manière monotone à la hausse durant l'essai. A des niveaux de contrainte maximale équivalent ou supérieur à sa limite d'élasticité, le matériau évolue donc rapidement en cyclage, comme en témoigne également la déformation de Rochet. La déformation plastique est cependant limitée, et la rupture se produit après un faible nombre de cycles, témoignant d'une certaine fragilité, caractéristique de ce type de matériaux [164][167].

Tout comme en traction, peu de différences sont observées entre les deux orientations, que ce soit pour le matériau traité par détensionnement ou celui traité au-dessus du transus- $\beta$ . En effet pour chacun des matériaux considérés, les faciès sont équivalents, les dissipations intrinsèques sont proches et évoluent de la même manière à la contrainte de référence. Cependant, la direction verticale semble présenter une tenue moins bonne à la fatigue, car bien que les différences soient faibles, toutes les courbes  $\widetilde{w}_{d1}$  apparentées aux éprouvettes verticales sont au-dessus sur la *Figure 143*. En particulier, pour le Type-TTH2 testé à plus haute contrainte, autour de la limite d'élasticité (le Type-TTH1 n'a pas été testé à cette contrainte), la dissipation est bien supérieure, et la rupture rapide. On peut supposer, comme cela a été présenté en *Figure 137*, que les zones de liaison entre cordons, perpendiculaires à la sollicitation, sont des points faibles où les fissures peuvent naître et se propager facilement, le long des joints  $\alpha_{GB}$ .

La différence vient surtout du Type de matériau.

Le Type-TTH2 présente une moins bonne tenue en fatigue que le Type-TTH1, avec sur les faces de ses éprouvettes des pourcentages surfaciques présentant des *BGP* plus importants, et des nombres de cycles à rupture atteints moindres pour un même niveau de contrainte maximale (*Tableau 18*).

Contrairement à ce qui a été étudié en tests de fatigue sur éprouvettes fabriquées par le procédé à projection de poudre [238], il y a ici peu de pores / défauts conséquents et anguleux. Dans notre étude, la différence de comportement durant la phase d'initiation est moins dirigée par ces défauts, et plus par la microstructure. Le grossissement des lamelles induit par le traitement TTH2, différence majeure entre les deux matériaux, semble diminuer les propriétés en fatigue des matériaux.

Une fois la fissure principale amorcée, principalement sur les arêtes d'après les faciès de rupture, la propagation est rapide. La finesse de la microstructure a également un impact sur la phase de propagation, comme le confirme la largeur plus fine des stries de propagation sur le Type-TTH1 comparé au -TTH2.

## 5 Conclusion du chapitre

Ce chapitre a traité de la caractérisation thermomécanique des matériaux fabriqués. Dans un premier temps, le dispositif de test et le protocole ont été présentés. La méthode permettant de coupler et traiter les données d'imagerie avec les données de sollicitations machine lors des essais de traction monotone,

cyclage par paliers ou fatigue afin d'obtenir les déformations et les sources, notamment la dissipation intrinsèque, a été décrite. Des considérations physiques ainsi que divers essais ont permis de sélectionner les paramètres définitifs de tests (vitesse, fréquence machine, fréquences caméras ...) et de traitements (lissages, modèles...).

La sélection des différents types d'éprouvettes en *316L* et *TA6V*, parmi ceux caractérisés au chapitre III, utilisées pour effectuer les essais thermomécaniques, a ensuite été justifiée.

La troisième partie du chapitre a présenté les résultats portant sur le matériau *316L*. Les matériaux fabriqués présentent tous des bas modules d'Young, provenant de leur forte texture. Avec un simple traitement thermique de détensionnement, les deux jeux de paramètres de soudage retenus -P1 et -P2 ne mènent pas à de fortes différences, mis à part une faible différence de limite d'élasticité dans la direction horizontale, qui peut s'expliquer par la différence de texture dans cette direction des deux matériaux. Cette différence de limite d'élasticité ne semble pas impliquer une différence de comportement en cyclage au-dessus de la limite d'élasticité : le matériau à plus haute limite d'élasticité ne semble pas présenter une meilleure tenue en fatigue. Ainsi, les différences de microstructures observées entre les Type-P1 et -P2 ont un impact mineur en fatigue. De la même façon, la mise en place d'un inertage ne semble pas changer le comportement du matériau *316L*, en cyclage comme en traction.

En terme de microstructure, ce qui différencie fortement les matériaux est la présence ou non d'un réseau plus ou moins continu de ferrite. Sa « dissolution partielle » après traitement thermique à haute température diminue fortement la limite élastique et la tenue en fatigue, la phase ferrite, non cohérente avec la matrice austénitique, ayant pour effet de stopper la transmission du glissement.

Des motifs métallurgiques correspondent aux cordons empilés, et sont composés de zones plus ou moins riches en ferrite, avec des tailles de sous-structures dendritiques différentes. Ils sont la cause des motifs de déformation observés sur les cartographies de déformation de traction sur éprouvettes verticales.

L'autre grande différence de comportement est observée selon la direction de sollicitation. La localisation du glissement dans les grains colonnaires verticaux les plus défavorablement orientés des éprouvettes horizontales, qui peuvent couvrir des sections entières d'éprouvettes, peut conduire à la formation de striction multiples sur certains échantillons. Ce phénomène n'est pas observé sur les éprouvettes verticales, qui ont un comportement plus homogène. Ainsi, les éprouvettes horizontales présentent de plus faibles résistances en traction, comme en fatigue.

La quatrième partie du chapitre a traité du *TA6V*. Le matériau n'est pas texturé, ce qui n'engendre pas d'anisotropie, les propriétés mécaniques mesurées étant proches pour les deux directions principales d'une même fabrication. La ligne de fusion, au niveau de laquelle les grains changent de direction du fait de la stratégie de construction en aller-retours, est identifié dans nos travaux comme une zone de faiblesse. Il en est de même pour les zones de proximité des liserés de joints de phase  $\alpha_{GB}$ , où sont présents des structures en colonies fortement inclinées par rapport à ces joints [36].

Par contre, une différence forte de propriétés est observée suite à l'évolution de la microstructure par traitement thermique au-dessus du transus- $\beta$ . Ce traitement mène à un grossissement des lamelles formant les colonies, et parfois à la disparition des structures en *panier-tressé*. Ce changement abaisse les limites d'élasticité, et l'augmentation de la dissipation en cyclage indique une plus forte propension à l'endommagement au stade d'initiation de fatigue, révélée par la présence de *BGP*.



# CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les travaux de thèse se sont déroulés en deux étapes : une première étape de fabrication des matériaux en 316L et TA6V par le biais du procédé WAAM-MIG/MAG-CMT, et une seconde étape de caractérisation à l'aide d'un protocole de caractérisation thermomécanique, lors de sollicitations en traction monotone, en cyclage par paliers de niveaux de charges, puis en fatigue. Ces deux étapes ont été complétées par des caractérisations métallurgiques.

**Le premier objectif de la thèse** était l'étude du lien entre les paramètres du procédé et les macro/microstructures obtenues. Pour ce faire, différents jeux de paramètres de fabrication, utilisant le procédé CMT, ont été sélectionnés afin de permettre l'étude de la variabilité des microstructures obtenues. Une instrumentation *in-situ* a permis de quantifier l'apport d'énergie de manière directe (tension, intensité et vitesse d'avance, ainsi que les temps de pause entre deux cordons) et de manière indirecte (températures, et tailles de bain de fusion). La géométrie de murs par empilement de mono-cordons, et la stratégie en allers-retours choisies ont permis d'atteindre un régime stationnaire pour chacune des fabrications.

Concernant le 316L, les différents jeux de paramètres retenus ont mené à l'obtention de murs usinables. Tous les murs produits sont constitués d'une macrostructure formée de grains colonnaires verticaux, fortement texturée, avec des grains traversant plusieurs couches, et ce malgré des énergies linéiques et des puissances moyennes de construction (apport d'énergie par cordon, prenant en compte le temps de pause) différentes. Concernant la microstructure, les changements de paramètres ont eu un effet, mais à la marge. Bien que la taille des grains colonnaires ou des sous-structures dendritiques soient augmentées à plus hautes énergies, la microstructure est proche d'un mur à l'autre. En particulier, il y a toujours la présence d'un réseau de ferrite vermiculaire, caractéristique d'un mode de solidification de type FA, orienté verticalement dans la direction de croissance des dendrites de solidification, dont la proportion et la finesse varient selon les zones au sein des murs fabriqués. Des zones plus ou moins riches en ferrite se succèdent ainsi, formant des couches horizontales au sein des murs, et constituant un motif répétable du fait du régime stationnaire. Ainsi bien que les conditions de solidification varient en fonction des différents jeux de paramètres choisis, les microstructures formées sont proches dans tous les murs fabriqués.

Les paramètres du procédé influent en revanche sur les caractéristiques géométriques des murs. Un plus grand apport énergétique mène à des murs plus larges, et à de plus faibles ondulations de la surface produites par la superposition des cordons, du fait d'un meilleur mouillage. La largeur des murs peut influencer sur les orientations cristallines et morphologiques des grains colonnaires formés. Ces derniers s'inclinent vers les surfaces lorsque l'épaisseur croît, puis se transforme à leur proximité en structures de grains à caractère équiaxe, non texturées.

Certains murs ont été produits avec un système d'inertage permettant d'éviter l'oxydation de la matière fondue ou solide à haute température. Aucune évolution de la microstructure n'a cependant été relevée suite à l'inertage. Enfin, afin de disposer d'une microstructure différente, un traitement thermique de mise en solution a été appliqué à certains murs produits, ayant pour effet principal la *quasi* disparition du réseau de ferrite.

Concernant le TA6V, la réalisation d'un inertage a été nécessaire. En effet, sans inertage, l'arc électrique était très erratique et il n'a pas été possible de déposer des mono-cordons rectilignes et de section régulière. Le trainard développé n'a pas donné satisfaction pour construire intégralement un mur, et un système d'inertage de type « boîte à gant » a été mis en place.

Les différents murs fabriqués par la suite selon la même géométrie et la même stratégie que ceux en 316L, ont également été réalisés en utilisant plusieurs jeux de paramètres, correspondant à des niveaux d'énergies différents.

Dans tous les cas, la solidification en phase bêta a conduit à la formation de grains colonnaires bêta inclinés selon le sens de passage de la torche. Cette particularité a mené à la formation de grains colonnaires dont la direction de croissance change à chaque couche du fait de la stratégie de construction en aller-retours adoptée, générant une structure de grains en *zig-zag*. Ce changement de direction de croissance des grains à chaque couche, qui limite la croissance sélective, associé à une faible sélection de variants lors de la transformation au refroidissement en phase alpha, a conduit à la formation de matériaux ne présentant pas de textures marquées. A l'intérieur des ex-grains bêta, délimités par un liseré continu de phase  $\alpha_{GB}$ , se sont formées des lamelles de phase alpha, sous forme de *panier-tressé* ou de colonies. Ces dernières, constituées de lamelles parallèles, se forment en particulier au contact du liseré  $\alpha_{GB}$ , avec une orientation parfois proche de la perpendicularité. Des bandes horizontales appelées *banding*, au sein desquelles la taille des lamelles alpha évolue, sont aussi observées.

La microstructure obtenue est sensiblement la même pour tous les jeux de paramètres procédé utilisés.

De manière à disposer d'échantillons présentant des microstructures différentes, un traitement thermique au-dessus du  $\text{transus-}\beta$  a été réalisé sur certains murs après fabrication, dans le but d'homogénéiser la microstructure. Ce traitement mène à un matériau dont la taille des lamelles alpha augmenté, formé principalement de colonies de lamelles de tailles homogènes.

Ainsi pour les deux matériaux, malgré l'utilisation de jeux de paramètres procédé permettant de balayer une plage énergétique assez large, les différentes fabrications présentent des macro/microstructures proches d'une fabrication à une autre.

**Le second objectif de la thèse était l'étude du comportement des matériaux fabriqués en WAAM-MIG/MAG-CMT sollicités en traction et en cyclage, avec pour finalité l'étude de l'initiation en fatigue.**

Pour les deux matériaux de base, les murs produits n'ont pas révélé de manque de fusion, fissuration ou de porosités conséquentes. Concernant le *TA6V*, la fine couche d'oxyde présente en surface des murs a été retirée par usinage, permettant de s'affranchir de l'impact de tels défauts sur le comportement.

Les différents murs produits ont tous subi un traitement thermique avant usinage, soit pour relâcher les contraintes, soit pour modifier la macro/microstructure. Des éprouvettes plates de 2 mm d'épaisseur ont été extraites selon deux directions afin d'étudier l'anisotropie : la direction de construction, verticale, ou bien la direction d'avance de la torche, horizontale.

Les essais mécaniques ont été menés. Premièrement la *CIN* avait pour but de donner accès à de possibles hétérogénéités mécaniques macroscopiques. Ensuite, la correspondance entre données de sollicitations machines, cinématiques et thermiques a notamment permis le calcul de la dissipation intrinsèque à l'échelle locale. Cette donnée a alors été utilisée comme une image de l'évolution des irréversibilités (plasticité, micros-plasticité, endommagement, ...) au sein des matériaux au cours des essais. Elle a en particulier permis la comparaison des matériaux en fatigue, *in-situ*, révélant une évolution en début d'essais, assimilée à des phénomènes d'initiation. Sans l'étude de cette source, il aurait été difficile de comparer les matériaux en terme d'initiation de fatigue, le nombre de cycles atteints étant ici déterminé par la propagation rapide d'une fissure principale, initiée non pas par la microstructure mais par les arêtes aiguës que comportent les éprouvettes plates.

Concernant les matériaux *316L* produits, les faibles différences microstructurales induites par le changement de jeux de paramètres induisent de faibles différences de comportement.

Les propriétés mécaniques sont en revanche très dépendantes de la direction de sollicitation, du fait de la forte texture des matériaux. Ainsi, dans la direction horizontale, la texture facilite le glissement dans certains grains colonnaires, occupant de larges sections, sous de faibles niveaux de charges, conduisant à de plus faibles limites d'élasticité, et à une phase d'initiation plus rapide en fatigue, révélée par une activité dissipative supérieure en cyclage par paliers ou en fatigue.

La seconde particularité affectant le comportement mécanique des matériaux est la présence ou non d'un réseau de ferrite. Celui-ci, en limitant la transmission des glissements, aura pour effet d'augmenter les propriétés mécaniques, en traction comme en fatigue, et ceci quelle que soit la direction de sollicitation.

Ainsi, le traitement de mise en solution, en réduisant, voire en éliminant le réseau de ferrite, diminue la résistance du matériau. A une échelle plus fine, l'impact du réseau, en plus de l'évolution des sous-structures dendritiques, a également un rôle sur le comportement, révélé par les cartes d'énergie de déformation des éprouvettes extraites verticalement. La fabrication en mono-cordons permet en effet de construire des motifs microstructuraux répétés verticalement, constitués de zones plus ou moins dépourvues en ferrite, et pouvant également se retrouver présentes dans des constructions plus complexes (multi-cordons).

Dans les matériaux *TA6V* produits, l'absence de texturation, induite notamment par la faible sélection de variants alpha au sein d'un grain bêta, n'engendre pas d'anisotropie, malgré un comportement en traction et en fatigue légèrement moins bon sur les éprouvettes verticales. La ligne de fusion, au niveau de laquelle les grains colonnaires changent de direction, constitue alors la zone de faiblesse. Sur éprouvettes horizontales, de résistance un peu plus élevée, les ruptures s'initient et se propagent principalement le long des liserés de phase  $\alpha_{GB}$  formés au niveau des ex-joints de grains bêta.

Le point discriminant de ce matériau apparaît être la taille des lamelles alpha. Cette taille a été modifiée par traitement thermique, sans pour autant faire disparaître la ligne de fusion et le caractère de déformation en *zig-zag* induit par l'alternance morphologique des ex-grains bêta. Les lamelles alpha plus épaisses impliquent des propriétés dégradées : la limite élastique diminue, et la tenue en cyclage se détériore, avec une dissipation intrinsèque supérieure ainsi que la présence en plus grand nombre de *BGP*.

**En résumé**, les résultats issus de ce travail ont donc permis de démontrer la faisabilité de composants en *316L* et en *TA6V* à l'aide du procédé *WAAM-CMT*. Ce procédé apparaît ainsi comme une alternative aux procédés *WAAM-plasma* usuellement utilisés pour les alliages de titane. Ils apportent de plus des éléments de réponse aux interrogations qui persistent sur la qualité et les caractéristiques mécaniques, notamment en fatigue, des composants produits. D'un point de vue pratique, ce travail a montré que pour les aciers inoxydables austénitiques, une fabrication avec ou sans inertage ne changeait ni la microstructure, ni le comportement mécanique. Les principaux facteurs agissant sur les caractéristiques mécaniques des deux matériaux étudiés ont aussi pu être identifiés.

**Un prolongement naturel de ces travaux** serait l'étude de matériaux fabriqués en *WAAM* sous la forme de murs plus épais, voire de blocs composés de plusieurs cordons adjacents dans chaque couche, ce qui pourrait conduire à des microstructures plus hétérogènes. Sur *316L*, en supposant l'absence de défauts liés à la difficulté du procédé de soudage (défauts de manque de fusion entre cordons parallèles notamment), l'objectif pourrait être d'obtenir et d'étudier la microstructure et le comportement de matériaux moins texturés et colonnaires. Hormis les défauts de manque de fusion, cette géométrie différente de fabrication pourrait également convenir pour étudier le piégeage d'oxydes induit par l'absence d'inertage, et dont les zones de recouvrement seraient propices.

Toujours sur acier inoxydable, une perspective dans la continuité des travaux menés utilisant le procédé *WAAM-MIG/MAG* serait l'étude plus fine de l'impact de la ferrite sur les propriétés. Au vu des résultats obtenus ici, deux axes pourraient être investigués. Le premier serait la fabrication de différents matériaux par l'utilisation de différents matériaux d'apport. Le second serait l'investigation de la variante synergique *Advanced* du procédé *CMT*. Les microstructures atypiques obtenues dans nos travaux motivent à la réalisation d'un travail d'approfondissement de ce mode de dépôt, pour comprendre à la fois la formation des structures, dont le réseau ferritique, et leurs conséquences mécaniques induites.

Concernant le *TA6V*, suite à la bibliographie [36] et aux travaux ici réalisés, et plus largement concernant les alliages de titane  $\alpha + \beta$ , un questionnement apparaît quant aux particularités des structures se formant à proximité des ex-joints bêta, devenu liseré  $\alpha_{GB}$ . Une tendance à confirmer semble être la formation de colonies dont les lamelles sont fortement orientées par rapport aux joints  $\alpha_{GB}$ . De plus, les fissures semblent se propager le long de ces joints. Une prolongation possible aux études menées dans ce



mémoire serait la mise en place d'essais de traction et de cyclage mettant en œuvre un protocole de *CIN*, dont l'échelle d'observation serait celle des joints de grains  $\alpha_{GB}$ , et dont le but serait l'identification de gradients de déformation aux interfaces entre liseré  $\alpha_{GB}$  et colonies proches, ainsi que l'identification ou non en ces zones de l'initiation et de la propagation *in-situ* de la fatigue. Si tel était le cas, une étude comparative de l'impact des différents procédés WAAM (*TIG*, *plasma* ou *MIG/MAG-CMT*) sur la formation de ces structures prendrait alors sens.



# ANNEXES

## 1 Annexe : Présentation du matériel de caractérisation métallurgique

### Matériels utilisés par l'Institut Clément Ader – pour matériau 316L

préparation	enrobage à chaud dans une résine phénolique, prépolissage aux papiers abrasifs (320P+P600+P1200), polissage avec drap et suspension diamantée 6 µm+3µm et finition avec la silice colloïdale
microscope optique	Keyence (numérique), Microscope métallographique inversé MEF4M (LEICA/REICHERT), microscope numérique Keyence VHX 2000
attaque chimique pour vues macroscopiques	Marble : 4g CuSO <sub>4</sub> , 20ml HCl, et 20ml H <sub>2</sub> O 20 à 60 s <u>OU</u> Eau régale : HCl 50 %, HNO <sub>3</sub> (25 %), H <sub>2</sub> O (25 %) 20 à 60 s
attaque chimique pour vues microscopiques	Marble : 4g CuSO <sub>4</sub> , 20ml HCl, et 20ml H <sub>2</sub> O 10 à 30 s <u>OU</u> Eau régale : HCl 50 %, HNO <sub>3</sub> (25 %), H <sub>2</sub> O (25 %) 10 à 20 s
scanner 3D	en attente
microscope électronique à balayage	FEI NOVANOSEM 450
moyen DRX pour quantification de phases	Philips X'PERT-PANALYTICAL
moyen EBSD	MEB FEG JEOL JSM 7100F TTLS LV - EDS/EBSD
duromètre	BUELHER GmbH MICROMET 5104

### Matériels utilisés par le Laboratoire de Génie de Production – pour matériau TA6V

préparation	enrobage : mélange de plexcil A6 et plexcil C6 de Struers puis prépolissage au papier SiC du P320 au P2500 suivi d'un polissage de finition avec une suspension OP-S additionné d'H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (10%)
loupe binoculaire pour vues macroscopiques	Leica wild M420
attaque chimique pour vues macroscopiques	réactif de Kroll pendant 8 sec
microscope optique pour vues macroscopiques	Olympus PMG3 à différents grossissements
attaque chimique pour vues microscopiques	réactif de Kroll pendant 8 sec
microscope électronique à balayage	Jeol 7000F pour l'EBSD, ZEISS EVO10 HD15 pour les fractographies et autres
moyen EBSD	Caméra OXFORD Nordlys Fast et suite logicielle Channel 5
duromètre	ZWICK ZHU 2,5 avec une charge de 10 kg et un espacement de 750 µm entre points de dureté

## 2 Annexe : Micrographie d'une coupe transversale d'un mur Type-P2-inerté, agrandie



Figure 145 : micrographie d'une coupe transversale d'un mur Type-P2-inerté

### 3 Annexe : Détermination des constantes de temps thermiques

Les constantes de temps des modèles de diffusion, précédemment construits par simplification de l'équation de la chaleur, dépendent du matériau, de l'environnement et de la géométrie de l'éprouvette. Elles sont déterminées par le protocole suivant.

Les différentes éprouvettes sont chauffées tour à tour au four (à une température de l'ordre de 50°C), et rapidement mises en configuration de test de traction, mors serrés. Leurs refroidissements sont pour chacune mesurés jusqu'à retour à température d'équilibre de la pièce.

Ne sollicitant pas l'éprouvette, le retour à l'équilibre se fait à source nulle. Le terme de droite de l'équation de la chaleur est ainsi nul. La solution du modèle 0D est une solution classique d'équation d'ordre 1.

$$\theta = (\theta_{max} - \theta_{equil}) e^{-t/\tau_{0D}} + \theta_{equil} \quad (34)$$

avec  $\theta_{max}$  la température au début de la prise de mesure, une fois l'éprouvette serrée, et  $\theta_{equil}$  celle après retour à l'équilibre. On peut alors calculer la constante de temps  $\tau_{0D}$  en traçant la tangente de la courbe de température, ou bien par une minimisation via moindres carrés sur cette courbe de température, ou bien encore par une minimisation non pas de la solution mais directement de l'équation de la chaleur simplifiée.

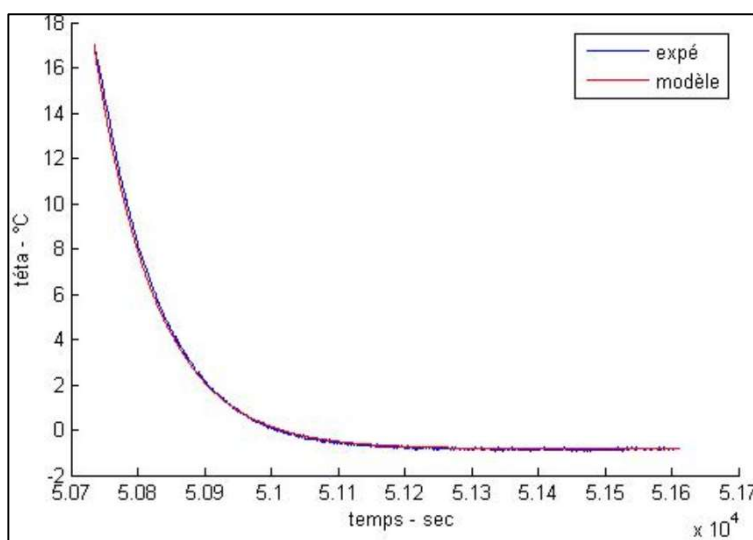


Figure 146 : exemple de détermination de la constant 0D via la méthode des moindres carrés

Les constantes de temps pour les différents matériaux 316L de notre étude sont données au *Tableau 19*.

matériau	$\tau_{0D}$ (secondes)		
	tangente sur courbe	moindres carrés sur courbe $\theta(t)$	moindres carrés sur l'équation de la chaleur
Type-P2-inerté	91	107	
Type-P2-non inerté	93	117	
Type-P1-oxydé	86	113	101

Tableau 19 : constantes de temps déterminées sur matériaux 316L selon différentes méthodes

Les résultats des différents matériaux sont proches, et il est décidé d'utiliser les moyennes pour une même méthode. Les solutions des modèles 1D et 2D sont trouvées avec le même protocole, en utilisant les équations de la chaleur simplifiées incluant les composantes du Laplacien, et une résolution par minimisation des moindres carrés. Ainsi, il est trouvé  $\tau_{2D} = 214$  secondes, et dans le cas 1D  $\tau_{1D} = 178$  secondes.

Pour la tôle en acier inoxydable utilisé dans nos travaux, il est trouvé  $\tau_{2D} = 125$  secondes,  $\tau_{1D} = 111$  secondes et  $\tau_{0D} = 78$  secondes.

Avec le même protocole sur le matériau *TA6V* fabriqué, des valeurs proches sont déterminées pour les deux Types de traitement thermiques, et l'on peut ainsi moyenner :  $\tau_{2D} = 177$  secondes,  $\tau_{1D} = 160$  secondes et  $\tau_{0D} = 76$  secondes.

## Références

- [1] C. R. Cunningham, J. M. Flynn, A. Shokrani, V. Dhokia, and S. T. Newman, "Invited review article: Strategies and processes for high quality wire arc additive manufacturing," *Addit. Manuf.*, vol. 22, pp. 672–686, Aug. 2018.
- [2] J. Ding, F. Martina, and S. Williams, "Production of large metallic components by additive manufacture – issues and achievements," in *1st Metallic Materials and processes: industrial challenges - conférence Deauville*, 2015.
- [3] A. Popovich, V. Sufiiarov, I. Polozov, E. Borisov, and D. Masaylo, "Producing hip implants of titanium alloys by additive manufacturing," *Int. J. Bioprinting*, vol. 2, no. 2, pp. 78–84, Jun. 2016.
- [4] "10 ans plus tard, la première hanche imprimée en 3D reste solide - 3Dnatives." [Online]. Available: <https://www.3dnatives.com/hanche-imprimee-en-3d-07032018/#!> [Accessed: 03-Mar-2022].
- [5] "Nouvelles normes pour la qualification de la fabrication additive." [Online]. Available: <https://www.agoria.be/fr/Nouvelles-normes-pour-la-qualification-de-la-fabrication-additive>. [Accessed: 03-Mar-2022].
- [6] W. Frazier, "Metal additive manufacturing: A review," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 23, no. 6, pp. 1917–1928, Apr. 2014.
- [7] J. J. Lewandowski and M. Seifi, "Metal Additive Manufacturing: A Review of Mechanical Properties," *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 46, pp. 151–86, 2016.
- [8] P. Roguin, "Présentation des procédés de soudage." Cours ESSA - Institut de Soudure, 2012.
- [9] K. Giot, "Procédés de soudage Procédés MIG et MAG." Cours ESSA - Institut de Soudure, 2012.
- [10] R. Monier, "Etude expérimentale du comportement dynamique des phases liquides en soudage par court-circuit contrôlé," Thèse de l'Université de Montpellier 2, 2016.
- [11] J. S. Panchagnula and S. Simhambhatla, "Manufacture of complex thin-walled metallic objects using weld-deposition based additive manufacturing," *Robot. Comput. Integr. Manuf.*, vol. 49, pp. 194–203, Feb. 2018.
- [12] F. Youheng, Z. Haiou, W. Guilan, and L. Liye, "Optimization of surface appearance for wire and arc additive manufacturing of Bainite steel," *Artic. Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2016.
- [13] P. Almeida, "Process control and development in wire and arc additive manufacturing," Thèse de l'Université de Cranfield, 2012.
- [14] M. Chen, D. Zhang, and C. Wu, "Current waveform effects on CMT welding of mild steel," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 243, pp. 395–404, May 2017.
- [15] B. Mezrag, "Étude de l'influence des paramètres de soudage sur la microstructure et le comportement mécanique des assemblages acier-aluminium obtenus par soudage à l'arc MIG-CMT," Thèse de l'Université de Montpellier, 2015.
- [16] A. G. ORTEGA, "Prototypage rapide de pièces en alliage d'aluminium : étude du dépôt de matière et d'énergie lors de la fusion à l'arc d'un fil par le procédé MIG-CMT," Thèse de l'Université de Montpellier, 2018.
- [17] L. CORONA, "Prototypage rapide de pièces en acier: étude du dépôt de matière et d'énergie lors de la fusion à l'arc d'un fil par le procédé MIG-CMT," Thèse de l'Université de Montpellier, 2017.
- [18] D. S. Nagesh and G. L. Datta, "Prediction of weld bead geometry and penetration in shielded metal-arc welding using artificial neural networks," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 123, no. 2, pp. 303–312, Apr. 2002.
- [19] S. Jacono, "Quality of gas metal arc welds for rapid prototyping and wear replacement," Thèse de l'Université de Wollongong, 1999.

- [20] M. Siminski, "Weld path optimisation for rapid prototyping and wear replacement by robotic gas metal arc welding," Thèse de l'Université de Wollongong, 2003.
- [21] F. Ribeiro, "Case study of rapid prototyping using robot welding : 'square to round' shape." [Online]. Available: [https://www.researchgate.net/publication/277034018\\_Case\\_study\\_of\\_rapid\\_prototyping\\_using\\_robot\\_welding\\_'square\\_to\\_round'\\_shape](https://www.researchgate.net/publication/277034018_Case_study_of_rapid_prototyping_using_robot_welding_'square_to_round'_shape). [Accessed: 03-Mar-2022].
- [22] X. Lu, Y. F. Zhou, X. L. Xing, L. Y. Shao, Q. X. Yang, and S. Y. Gao, "Open-source wire and arc additive manufacturing system: formability, microstructures, and mechanical properties," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 93, no. 5–8, pp. 2145–2154, Nov. 2017.
- [23] B. Wu, Z. Pan, D. Ding, D. Cuiuri, H. Li, and Z. Fei, "The effects of forced interpass cooling on the material properties of wire arc additively manufactured Ti6Al4V alloy," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 258, pp. 97–105, Aug. 2018.
- [24] S. Kou, *Welding metallurgy*, Second Edi. Wiley - Livre, 2003.
- [25] A. Robineau, "Métallurgie du soudage, V6." Cours ESSA - Institut de Soudure, 2013.
- [26] X. Bai *et al.*, "Numerical analysis of heat transfer and fluid flow in multilayer deposition of PAW-based wire and arc additive manufacturing," *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 124, pp. 504–516, Sep. 2018.
- [27] D. M. Stefanescu, "Fundamentals of Solidification," *Metall. Microstruct.*, no. February, pp. 71–92, 2004.
- [28] S. Kou and Y. Le, "Welding Parameters and the Grain Structure of Weld Metal A Thermodynamic Consideration," *Metall. Trans. A*, vol. 19A, 1988.
- [29] B. Chalmers, "Principles of Solidification," Wiley - Book section, 1964.
- [30] L. Wang, J. Xue, and Q. Wang, "Correlation between arc mode, microstructure, and mechanical properties during wire arc additive manufacturing of 316L stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 751, no. February, pp. 183–190, 2019.
- [31] M. Saied, "Experimental and numerical modeling of the dissolution of delta ferrite in the Fe-Cr-Ni system : application to the austenitic stainless steels," Thèse de l'Université de Grenoble, 2016.
- [32] R. Casati, J. Lemke, and M. Vedani, "Microstructure and Fracture Behavior of 316L Austenitic Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting," *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 32, no. 8, pp. 738–744, Aug. 2016.
- [33] A. Arellano, D. Daloz, and J. Zollinger, "Solidification des aciers inoxydables : application au soudage de l'acier 316L." Cours des Mines de Nancy, 2018.
- [34] A. David and J. M. Vitek, "Solidification and Weld Microstructures," *Int. Mater. Rev.*, no. 34, pp. 213–245, 1989.
- [35] X. Li and W. Tan, "Numerical investigation of effects of nucleation mechanisms on grain structure in metal additive manufacturing," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 153, no. February, pp. 159–169, 2018.
- [36] A. Antonyamy, "Microstructure, Texture and Mechanical Property Evolution during Additive Manufacturing of Ti6Al4V Alloy for Aerospace Applications," Thèse de l'Université de Manchester, 2012.
- [37] C. Zhang, Y. Li, M. Gao, and X. Zeng, "Wire arc additive manufacturing of Al-6Mg alloy using variable polarity cold metal transfer arc as power source," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 711, pp. 415–423, Jan. 2018.
- [38] G. Maeder and J. Barradis, *Métallurgie*. Afnor - Livre, 2005.
- [39] J. C. Lippold, *Welding Metallurgy and Weldability*. Wiley - Livre, 2014.
- [40] D. Kotecki and J. Lippold, *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*. Wiley - Livre, 2005.



- [41] N. Suutala, "Effect of solidification conditions on the solidification mode in austenitic stainless steels," *Metall. Trans. A*, vol. 14, no. 1, 1983.
- [42] C. D. Lundin and C. P. D. Chou, "Fissuring in the 'Hazard HAZ' region of austenitic stainless steel welds," *Weld. Res. Suppl.*, 1985.
- [43] J. W. Elmer, S. M. Allen, and T. W. Eagar, "Microstructural development during solidification of stainless steel alloys," *Metall. Trans. A*, vol. 20, no. 10, pp. 2117–2131, Oct. 1989.
- [44] X. Chen, J. Li, X. Cheng, B. He, H. Wang, and Z. Huang, "Microstructure and mechanical properties of the austenitic stainless steel 316L fabricated by gas metal arc additive manufacturing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 703, pp. 567–577, Aug. 2017.
- [45] J. W. Fu, Y. S. Yang, and J. J. Guo, "Formation of a blocky ferrite in Fe-Cr-Ni alloy during directional solidification," *J. Cryst. Growth*, vol. 311, no. 14, pp. 3661–3666, 2009.
- [46] K. J. Kim, H. U. Hong, K. S. Min, and S. W. Nam, "Effects of modification of the carbide characteristics through grain boundary serration on creep fatigue life in austenitic stainless steels," *Acta Metall. Sin.*, vol. 17, pp. 632–638, 2004.
- [47] A. Yadollahi, N. Shamsaei, S. M. Thompson, and D. W. Seely, "Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 644, pp. 171–183, Sep. 2015.
- [48] L. Jubin, "Les aciers inoxydables." Cours ESSA - Institut de Soudure, 2012.
- [49] S. Goyal, R. Sandhya, M. Valsan, and K. Bhanu Sankara Rao, "The effect of thermal ageing on low cycle fatigue behaviour of 316 stainless steel welds," *Int. J. Fatigue*, vol. 31, no. 3, pp. 447–454, Mar. 2009.
- [50] M. J. Marques, A. Ramasamy, A. C. Batista, J. P. Nobre, and A. Loureiro, "Effect of heat treatment on microstructure and residual stress fields of a weld multilayer austenitic steel clad," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 222, pp. 52–60, Aug. 2015.
- [51] B. Blinn, M. Klein, C. Gläbner, M. Smaga, J. Aurich, and T. Beck, "An Investigation of the Microstructure and Fatigue Behavior of Additively Manufactured AISI 316L Stainless Steel with Regard to the Influence of Heat Treatment," *Metals (Basel)*, vol. 8, no. 4, p. 220, Mar. 2018.
- [52] X. Wang, J. Alberto Muñoz-Lerma, M. Attarian Shandiz, O. Sanchez-Mata, and M. Brochu, "Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 766, 2019.
- [53] L. Ji, J. Lu, C. Liu, C. Jing, H. Fan, and S. Ma, "Microstructure and mechanical properties of 304L steel fabricated by arc additive manufacturing," *MATEC Web Conf.*, vol. 128, p. 03006, Oct. 2017.
- [54] T. Skiba, "Microstructure and Mechanical Properties of Stainless Steel Component Manufactured by Shaped Metal Deposition," *ISIJ Int.*, vol. 49, pp. 1588–1591, 2009.
- [55] J. Gordon and J. Hochhalter, "Enhancement in fatigue performance of metastable austenitic stainless steel through directed energy deposition additive manufacturing," *Mater. Des.*, vol. 168, 2019.
- [56] J. C. Lippold, "Solidification Behavior and Cracking Susceptibility of Pulsed-Laser Welds in Austenitic Stainless Steels A shift in solidification behavior under rapid solidification conditions promotes an increase in cracking susceptibility," *Weld. Res. Suppl.*, pp. 129–139, 1994.
- [57] N. Kumar, M. Mukherjee, and A. Bandyopadhyay, "Comparative study of pulsed Nd:YAG laser welding of AISI 304 and AISI 316 stainless steels," *Opt. Laser Technol.*, vol. 88, pp. 24–39, Feb. 2017.
- [58] B. Zheng, Y. Zhou, J. E. Smugeresky, J. M. Schoenung, and E. J. Lavernia, "Thermal Behavior and Microstructure Evolution during Laser Deposition with Laser-Engineered Net Shaping: Part II. Experimental Investigation and Discussion," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 39A, 2008.
- [59] J. C. Lippold and V. F. Savage, "Solidification of Austenitic Stainless Steel Weldments: Part III-The

- Effect of Solidification Behavior on Hot Cracking Susceptibility The formation of a low-melting eutectic and S and P segregation along fusion zone grain boundaries promotes the formation," *Weld. Res. Suppl.*, pp. 388–396, 1982.
- [60] M. Dinovitzer, X. Chen, J. Laliberte, X. Huang, and H. Frej, "Effect of wire and arc additive manufacturing (WAAM) process parameters on bead geometry and microstructure," *Addit. Manuf.*, vol. 26, pp. 138–146, Mar. 2019.
- [61] J. Schütz, "Soudabilité du titane et de ses alliages." Cours ESSA - Institut de Soudure, 2010.
- [62] "Sur les perspectives d'évolution de l'aviation civile à l'horizon 2040 : préserver l'avance de la France et de l'Europe." [Online]. Available: <https://www.senat.fr/rap/r12-658/r12-65815.html>. [Accessed: 03-Mar-2022].
- [63] F. Messenger, "Titane." Cours ESSA - Institut de Soudure, 2011.
- [64] R. Ruxanda, "Solidification Structure of Titanium Alloys." University of Alabama - Rapport, 2004.
- [65] Y. Robert, "Simulation numérique du soudage du TA6V par laser YAG impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécaniques associés à ce procédé," Thèse de l'École des Mines de Paris, 2007.
- [66] D. Macel, "Avez-vous pensé au brasage ?," Institut de Soudure - Rapport, 2016.
- [67] A. Ducato, L. Fratini, M. La Cascia, and G. Mazzola, "An Automated Visual Inspection System for the Classification of the Phases of Ti-6Al-4V Titanium Alloy," in *Springer-Verlag Berlin Heidelberg - Book section*, 2013, pp. 362–369.
- [68] E. Brandl, A. Schoberth, and C. Leyens, "Morphology, microstructure, and hardness of titanium (Ti-6Al-4V) blocks deposited by wire-feed additive layer manufacturing (ALM)," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 532, pp. 295–307, Jan. 2012.
- [69] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium*. Springer - Livre, 2010.
- [70] M. Neikter, P. Akerfeldt, R. Pederson, M. L. Antti, and V. Sandell, "Microstructural characterization and comparison of Ti-6Al-4V manufactured with different additive manufacturing processes," *Mater. Charact.*, vol. 143, pp. 68–75, Sep. 2018.
- [71] F. Wang, S. Williams, P. Colegrove, and A. A. Antonysamy, "Microstructure and Mechanical Properties of Wire and Arc Additive Manufactured Ti-6Al-4V," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 44, no. 2, pp. 968–977, Feb. 2013.
- [72] "Les alliages de titane pour le médical - MetalBlog." [Online]. Available: <https://metalblog.ctif.com/2018/03/05/les-alliages-de-titane-pour-le-medical/>. [Accessed: 03-Mar-2022].
- [73] Y. Combres, "Propriétés du titane et de ses alliages," in *Techniques de l'ingénieur éditions*, 1999.
- [74] B. Baufeld, E. Brandl, and O. Van Der Biest, "Wire based additive layer manufacturing: Comparison of microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V components fabricated by laser-beam deposition and shaped metal deposition," *J. Mater. Process. Tech.*, vol. 211, pp. 1146–1158, 2011.
- [75] W. G. Burgers, "On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium," *Physica*, vol. 1, no. 7–12, pp. 561–586, May 1934.
- [76] I. Lonardelli, N. Gey, H. R. Wenk, M. Humbert, S. C. Vogel, and L. Lutterotti, "In situ observation of texture evolution during  $\alpha \rightarrow \beta$  and  $\beta \rightarrow \alpha$  phase transformations in titanium alloys investigated by neutron diffraction," *Acta Mater.*, vol. 55, no. 17, pp. 5718–5727, Oct. 2007.
- [77] G. C. Obasi, J. Q. da Fonseca, D. Rugg, and M. Preuss, "The effect of  $\beta$  grain coarsening on variant selection and texture evolution in a near- $\beta$  Ti alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 576, pp. 272–279, Aug. 2013.
- [78] E. Lee, R. Banerjee, S. Kar, D. Bhattacharyya, and H. L. Fraser, "Selection of  $\alpha$  variants during

- microstructural evolution in  $\alpha/\beta$  titanium alloys,” *Philos. Mag.*, vol. 87, no. 24, pp. 3615–3627, Aug. 2007.
- [79] A. K. Ackerman *et al.*, “The Kinetics of Primary Alpha Plate Growth in Titanium Alloys,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 51, 2020.
- [80] T. Ahmed and H. J. Rack, “Phase transformations during cooling in h + i titanium alloys,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 243, pp. 206–211, 1998.
- [81] R. Shi, “Variant Selection during Alpha Precipitation in Titanium Alloys,” Thèse de l’Université de l’état de l’Ohio, 2014.
- [82] M. J. Bermingham, D. Kent, H. Zhan, D. H. StJohn, and M. S. Dargusch, “Controlling the microstructure and properties of wire arc additive manufactured Ti–6Al–4V with trace boron additions,” *Acta Mater.*, vol. 91, pp. 289–303, Jun. 2015.
- [83] B. Szost and S. Terzi, “A comparative study of additive manufacturing techniques: Residual stress and microstructural analysis of CLAD and WAAM printed Ti–6Al–4V components,” *Mater. Des.*, vol. 89, pp. 559–567, Jan. 2016.
- [84] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, “Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and Mechanical properties,” *J. Alloys Compd.*, vol. 541, no. 0, pp. 177–185, 2012.
- [85] “Guide de préconisation pour l’utilisation du titane.” TIMET - guide, 1999.
- [86] J. J. Lin *et al.*, “Microstructural evolution and mechanical properties of Ti-6Al-4V wall deposited by pulsed plasma arc additive manufacturing,” *Mater. Des.*, vol. 102, pp. 30–40, Jul. 2016.
- [87] A. Ayed, G. Bras, H. Bernard, P. Michaud, Y. Balcaen, and J. Alexis, “Study of the impact of the synergic line and the strategy of conception on Ti-6Al-4V wire arc additive manufacturing process (WAAM-CMT),” *Mater. Sci. Forum*, vol. 1016 MSF, pp. 250–255, 2021.
- [88] A. Ayed, J. Alexis, and Y. Balcaen, “Effects of WAAM Process Parameters on Metallurgical and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Deposits,” *Adv. Mater. Mech. Manuf.*, pp. 26–35, 2019.
- [89] J. Wang *et al.*, “Effects of deposition strategies on macro/microstructure and mechanical properties of wire and arc additive manufactured Ti 6Al 4V,” 2019.
- [90] B. K. Foster, A. M. Beese, J. S. Keist, E. T. McHale, and T. A. Palmer, “Impact of Interlayer Dwell Time on Microstructure and Mechanical Properties of Nickel and Titanium Alloys,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 48, no. 9, pp. 4411–4422, Sep. 2017.
- [91] B. Szost and S. Terzi, “A comparative study of additive manufacturing techniques: Residual stress and microstructural analysis of CLAD and WAAM printed Ti–6Al–4V components,” *Mater. Des.*, vol. 89, pp. 559–567, 2016.
- [92] C. Dupressoire and A. Ty, “ANR MACCADAM - Réunion d’avancement - avril 2020,” 2020.
- [93] V. D. Fachinotti, A. Cardona, B. Baufeld, and O. Van Der Biest, “Finite-element modelling of heat transfer in shaped metal deposition and experimental validation,” *Acta Mater.*, vol. 60, pp. 6621–6630, 2012.
- [94] R. G. Dobeson, S. D. McDonald, and M. S. Dargusch, “Determination of Minimum Machining Depth After Heat Treatment of ASTM Grade 2 Titanium Alloy,” *Adv. Eng. Mater.*, vol. 14, no. 7, pp. 473–476, Jul. 2012.
- [95] M. J. Bermingham, J. Thomson-Larkins, D. H. St John, and M. S. Dargusch, “Sensitivity of Ti-6Al-4V components to oxidation during out of chamber Wire + Arc Additive Manufacturing,” *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 258, pp. 29–37, Aug. 2018.
- [96] B. Wu, Z. Pan, D. Ding, D. Cuiuri, and H. Li, “Effects of heat accumulation on microstructure and mechanical properties of Ti6Al4V alloy deposited by wire arc additive manufacturing,” *Addit. Manuf.*, vol. 23, pp. 151–160, Oct. 2018.

- [97] H. M. Ledbetter, "Monocrystal-Polycrystal Elastic Constants of a Stainless Steel," *Phys. status solidi*, vol. 85, no. 1, pp. 89–96, Sep. 1984.
- [98] Courtney Thomas, *Mechanical Behavior of Materials*. Waveland - Livre, 2000.
- [99] B. Berthel, "Mesures thermographiques de champs de dissipation accompagnant la fatigue à grand nombre de cycles des aciers," Thèse de l'Université Montpellier 2, 2007.
- [100] A. El Bartali, "Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex," Thèse de l'Ecole Centrale de Lille, 2007.
- [101] G. Dieter, *Mechanical Metallurgy*. McGrawHill - Livre, 1961.
- [102] W. Oliferuk and M. Maj, "Stress-strain curve and stored energy during uniaxial deformation of polycrystals," *Eur. J. Mech. A/Solids*, vol. 28, pp. 266–272, 2009.
- [103] N. A. Fleck, G. M. Muller, M. F. Ashby, and J. W. Hutchinson, "Strain gradient plasticity: Theory and experiment," *Acta Metall. Mater.*, vol. 42, no. 2, pp. 475–487, Feb. 1994.
- [104] Divers, "Cours de mécanique des matériaux des écoles des Mines." [Online]. Available: <http://mms2.ensmp.fr/>. [Accessed: 03-Mar-2022].
- [105] U. F. Kocks and H. Mecking, "Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 48, pp. 171–273, 2003.
- [106] K. Chan, "Roles of microstructure in fatigue crack initiation," *Int. J. Fatigue*, vol. 32, pp. 1428–1447, 2010.
- [107] I. Karaman, H. Sehitoglu, H. J. Maier, and Y. I. Chumlyakov, "Competing Mechanisms and Modeling of Deformation in Austenitic Stainless Steel Single," *Acta Mater.*, vol. 49, pp. 3919–3933, 2001.
- [108] A. Ghosh and N. Gurao, "Effect of crystallographic texture on the planar anisotropy of ratcheting response in 316 stainless steel sheet," *Mater. Des.*, vol. 109, 2016.
- [109] J. Lemaitre and J.-L. Chaboche, *Mécanique des matériaux solides 3ème édition*. Dunod - Livre, 2009.
- [110] M. Kachit, "Mode De Sollicitation sur l'irréversibilité du glissement des dislocations lors d'une sollicitation," Thèse de l'INSA de Lyon, 2004.
- [111] P. Rabbe and H. Lieurade, "Essais de fatigue. Partie I," in *Techniques de l'ingénieur éditions*, 2000.
- [112] O. Düber, B. Künkler, U. Krupp, H. J. Christ, and C. P. Fritzen, "Experimental characterization and two-dimensional simulation of short-crack propagation in an austenitic-ferritic duplex steel," *Int. J. Fatigue*, vol. 28, pp. 983–992, 2006.
- [113] N. Baffie, "Influence of microstructure of different stainless steels on their low cycle fatigue damage mechanisms," Thèse de l'INPG de Grenoble, 2002.
- [114] K. S. Chan, J. W. Tian, B. Yang, and P. K. Liaw, "Evolution of slip morphology and fatigue crack initiation in surface grains of Ni200," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 40, no. 11, pp. 2545–2556, Sep. 2009.
- [115] H. Mughrabi, R. Wang, K. Differt, and U. Essmann, "Fatigue Crack Initiation by Cyclic Slip Irreversibilities in High-Cycle Fatigue," in *Fatigue Mechanisms: Advances in Quantitative Measurement of Physical Damage*, ASTM International - Livre, 1983, pp. 5-5–41.
- [116] G. Dörr and C. Blochwitz, "Microcracks in fatigued FCC polycrystals by interaction between persistent slip bands and grain boundaries," *Cryst. Res. Technol.*, vol. 22, no. 1, pp. 113–121, Jan. 1987.
- [117] W. Liu, M. Bayerlein, H. Mughrabi, A. Day, and P. N. Quested, "Crystallographic features of intergranular crack initiation in fatigued copper polycrystals," *Acta Met. mater*, vol. 40, no. 7, pp. 1763–1771, 1992.

- [118] A. Beloucif and J. Stolarz, "Low Cycle Fatigue of Zircaloy-4," in *6th Int. Fatigue Congress - conférence Berlin*, 1996, pp. 277–282.
- [119] J. Polák, K. Obrtlík, and A. Vašek, "Short crack growth kinetics and fatigue life of materials," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 234–236, pp. 970–973, Aug. 1997.
- [120] M. Sangid and H. Maier, "A physically based fatigue model for prediction of crack initiation from persistent slip bands in polycrystals," *Acta Mater.* 59 328–341, 2011.
- [121] L. Gotte and J. Mendez, "Effect on the grain size on low cycle fatigue of copper polycrystals," in *6th Int. Fatigue Congress - Conférence Berlin*, 1996, pp. 167–172.
- [122] J. Man, K. Obrtlík, C. Blochwitz, and J. Polák, "Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316 L austenitic stainless steel," *Acta Mater.*, vol. 50, no. 15, pp. 3767–3780, Sep. 2002.
- [123] U. PARTENAIRES, Ed., "Fatigue des Matériaux et des structures," 2010.
- [124] J. Man, K. Obrtlík, and J. Polák, "Study of surface relief evolution in fatigued 316L austenitic stainless steel by AFM," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 351, 2003.
- [125] P. C. Paris, "A rational analytic theory of fatigue," *Trend Eng.*, vol. 13, p. 9, 1961.
- [126] H. Mughrabi, "On 'multi-stage' fatigue life diagrams and the relevant life-controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 25, no. 8–9, pp. 755–764, Aug. 2002.
- [127] T. Sakai, N. Tanaka, M. Takeda, M. Kanemitsu, and N. Oguma, "Characteristic S-N property of high strength steels in ultra-wide life region under rotating bending," in *Second International Symposium on Environmentally Conscious Design and Inverse Manufacturing - conférence Tokyo*, 2002, pp. 432–437.
- [128] S. K. Paul, "A critical review of experimental aspects in ratcheting fatigue: Microstructure to specimen to component," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 8, no. 5, pp. 4894–4914, 2019.
- [129] G. Kang, Y. Dong, H. Wang, Y. Liu, and X. Cheng, "Dislocation evolution in 316L stainless steel subjected to uniaxial ratcheting deformation," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, pp. 5952–5961, 2010.
- [130] B. Chen, J. Jiang, and F. P. E. Dunne, "Is stored energy density the primary meso-scale mechanistic driver for fatigue crack nucleation?," *Int. J. Plast.*, vol. 101, no. December 2017, pp. 213–229, 2018.
- [131] GV Kurdjumov and G. Sachs, "Crystallographic orientation relationship between  $\alpha$ - and  $\gamma$ -Fe," *Ann. Phys.*, 1930.
- [132] K. Koumotos and A. Muehleemann, "A73, 115-123 Koumotos and Muehleemann · Orientation relationships in steels research papers *Acta Cryst.*," *Acta Cryst.*, vol. 73, pp. 115–123, 2017.
- [133] M. Mineur, P. Villechaise, and J. Mendez, "Influence of the crystalline texture on the fatigue behavior of a 316L austenitic stainless steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 286, no. 2, pp. 257–268, Jul. 2000.
- [134] F. Hahnenberger, M. Smaga, and D. Eifler, "Microstructural investigation of the fatigue behavior and phase transformation in metastable austenitic steels at ambient and lower temperatures," *Int. J. Fatigue*, vol. 69, pp. 36–48, 2014.
- [135] M. S. Pham, S. R. Holdsworth, K. G. F. Janssens, and E. Mazza, "Cyclic deformation response of AISI 316L at room temperature : Mechanical behaviour , microstructural evolution , physically-based evolutionary constitutive modelling," *Int. J. Plast. J.*, vol. 47, pp. 143–164, 2013.
- [136] B. Gong, Z. Wang, and Z. Wang, "Cyclic deformation behavior and dislocation structures of [001] copper single crystals - I cyclic stress-strain response and surface feature," *Acta Mater.*, vol. 45, no. 4, pp. 1365–1377, Apr. 1997.
- [137] S. Tripathy and S. Ghosh Chowdhury, "On the through-process texture evolution assessment in grain oriented Fe-3 wt% Si steel produced by a novel directional inoculation technique," *Sci. Rep.*,

vol. 11, no. 1, pp. 1–15, Mar. 2021.

- [138] C. Blochwitz, S. Jacob, and W. Tirschler, “Grain orientation effects on the growth of short fatigue cracks in austenitic stainless steel,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 496, no. 1–2, pp. 59–66, Nov. 2008.
- [139] I. Kub and J. Man, “The shape of early persistent slip markings in fatigued 316L steel,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 564, pp. 8–12, 2013.
- [140] M. Mineur, “Conditions locales d’amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD),” Thèse de l’ENSMA, 2000.
- [141] A. Weidner, I. Kube, J. Man, and T. Vystave, “Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique,” *Int. J. Fatigue*, vol. 39, pp. 44–53, 2012.
- [142] A. Mateo, A. Gironès, J. Keichel, L. Llanes, N. Akdut, and M. Anglada, “Cyclic deformation behaviour of superduplex stainless steels,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 314, no. 1–2, pp. 176–185, Sep. 2001.
- [143] N. J. Ho, L. T. Wu, and S. C. Tjong, “Cyclic deformation of duplex Fe-30Mn-10Al-0.4C alloy at room temperature,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 102, no. 1, pp. 49–55, 1988.
- [144] J. Polák and P. Zezulka, “Short crack growth and fatigue life in austenitic-ferritic duplex stainless steel,” *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 28, no. 10, pp. 923–935, Oct. 2005.
- [145] I. Alvarez-Armas, M. C. Marinelli, S. Hereñú, S. Degallaix, and A. F. Armas, “On the cyclic softening behavior of SAF 2507 duplex stainless steel,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 19, pp. 5041–5049, Nov. 2006.
- [146] S. Saha, M. Mukherjee, and T. K. Pal, “Microstructure, Texture, and Mechanical Property Analysis of Gas Metal Arc Welded AISI 304 Austenitic Stainless Steel,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 24, no. 3, pp. 1125–1139, Mar. 2015.
- [147] M. Buchely and H. Colorado, “Effect of SMAW manufacturing process in high-cycle fatigue of AISI 304 base metal using AISI 308L filler metal,” *J. Manuf. Process.*, vol. 20, pp. 181–189, 2015.
- [148] J. Changheui and C. Pyung-Yeon, “Effects of microstructure and residual stress on fatigue crack growth of stainless steel narrow gap welds,” *Mater. Des.*, vol. 31, pp. 1862–1870, 2010.
- [149] Y. Shang and H. Shi, “In-situ SEM study of short fatigue crack propagation behavior in a dissimilar metal welded joint of nuclear power plant,” *Mater. Des.*, vol. 88, 2015.
- [150] C. S. Kusko, J. N. Dupont, and A. R. Marder, “The Influence of Microstructure on Fatigue Crack Propagation Behavior of Stainless Steel Welds Fatigue tests on controlled samples exhibited a correlation between large grain size and improved crack resistance,” *Weld. J.*, vol. January, pp. 6–14, 2004.
- [151] T. Smith and J. Sugar, “Relationship between manufacturing defects and fatigue properties of additive manufactured austenitic stainless steel,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 765, 2019.
- [152] J. V. Gordon, C. V. Haden, H. F. Nied, R. P. Vinci, and D. G. Harlow, “Fatigue crack growth anisotropy, texture and residual stress in austenitic steel made by wire and arc additive manufacturing,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 724, pp. 431–438, May 2018.
- [153] P. Kyvelou *et al.*, “Mechanical and microstructural testing of wire and arc additively manufactured sheet material,” *Mater. Des.*, vol. 192, p. 108675, 2020.
- [154] L. Bercelli, C. Caër, C. Doudard, and S. Calloch, “Développement d’une chaîne de dimensionnement en fatigue pour pièces issues d’un procédé de fabrication additive métallique,” in *CFM 2019 - conférence Brest*, 2019.
- [155] D. Shechtman and D. G. Brandont, “Orientation dependent slip in polycrystalline titanium,” *J. Mater. Sci.*, vol. 8, pp. 1233–1237, 1973.
- [156] A. Akhtar, “Basal slip and twinnings in alpha-titanium single crystals,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 6, p. 1105, 1975.
- [157] S. Balasubramanian and L. Anand, “Plasticity of initially textured hexagonal polycrystals at high

- homologous temperatures: Application to titanium,” *Acta Mater.*, vol. 50, no. 1, pp. 133–148, Jan. 2002.
- [158] A. Helstroffer, “Anisotropie de propriétés mécaniques d’origine morphologique et cristallographique de l’alliage de titane  $\beta$ -métastable Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr : influence sur la durabilité en fatigue,” Thèse de l’ENSMA, 2018.
- [159] I. Weiss and S. L. Semiatin, “Thermomechanical processing of beta titanium alloys - An overview,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp. 46–65, Mar. 1998.
- [160] P. Castany, M. Besse, and T. Gloriant, “In situ TEM study of dislocation slip in a metastable  $\beta$  titanium alloy,” *Scr. Mater.*, vol. 66, no. 6, pp. 371–373, Mar. 2012.
- [161] S. H. Lee, M. Todai, M. Tane, K. Hagihara, H. Nakajima, and T. Nakano, “Biocompatible low Young’s modulus achieved by strong crystallographic elastic anisotropy in Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy single crystal,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 14, pp. 48–54, Oct. 2012.
- [162] M. Peters, A. Gysler, and G. Lütjering, “Influence of texture on fatigue properties of Ti-6Al-4V,” *Metall. Trans. A*, vol. 15, no. 8, pp. 1597–1605, 1984.
- [163] K. S. Chan and C. C. Wojcik, “Deformation of an Alloy with a Lamellar Microstructure : Experimental Behavior of Individual Widmanstätten Colonies of an Titanium Alloy,” *Metall. Trans. A*, vol. 12, no. November, pp. 1899–1907, 1981.
- [164] F. Bridier, P. Villechaise, and J. Mendez, “Slip and fatigue crack formation processes in an  $\alpha/\beta$  titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales,” *Acta Mater.*, vol. 56, no. 15, pp. 3951–3962, Sep. 2008.
- [165] S. Shekhar, R. Sarkar, S. K. Kar, and A. Bhattacharjee, “Effect of solution treatment and aging on microstructure and tensile properties of high strength  $\beta$  titanium alloy, Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr,” *Mater. Des.*, vol. 66, no. PB, pp. 596–610, Feb. 2015.
- [166] R. K. Nalla, “Influence of Microstructure on High-Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V: Bimodal vs. Lamellar Structures,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33A, 2002.
- [167] I. Bantounas, D. Dye, and T. C. Lindley, “The effect of grain orientation on fracture morphology during high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V,” *Acta Mater.*, vol. 57, no. 12, pp. 3584–3595, 2009.
- [168] G. Q. Wu, C. L. Shi, W. Sha, A. X. Sha, and H. R. Jiang, “Effect of microstructure on the fatigue properties of Ti-6Al-4V titanium alloys,” *Mater. Des. J.*, vol. 46, pp. 668–674, 2012.
- [169] G. Welsch, R. Boyer, and E. Collings, *Materials properties handbook: titanium alloys*. ASM International - Livre, 1994.
- [170] B. Baufeld, O. Van Der Biest, E. Brandl, C. Leyens, and F. Palm, “Mechanical Properties of Additive Manufactured Ti-6Al-4V Using Wire and Powder Based Processes,” *Sci. Technol. Adv. Mater.*, vol. 10, 2009.
- [171] “ASTM B381 - 13(2019) Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Forgings.” [Online]. Available: <https://www.astm.org/Standards/B381.htm>. [Accessed: 13-Oct-2021].
- [172] “ASTM B367 - 13(2017) Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Castings.” [Online]. Available: <https://www.astm.org/Standards/B367.htm>. [Accessed: 13-Oct-2021].
- [173] M. J. Bermingham, L. Nicastro, D. Kent, Y. Chen, and M. S. Dargusch, “Optimising the mechanical properties of Ti-6Al-4V components produced by wire + arc additive manufacturing with post-process heat treatments,” *J. Alloys Compd.*, vol. 753, pp. 247–255, Jul. 2018.
- [174] B. E. Carroll, T. A. Palmer, and A. M. Beese, “Anisotropic tensile behavior of Ti-6Al-4V components fabricated with directed energy deposition additive manufacturing,” *Acta Mater.*, vol. 87, pp. 309–320, Apr. 2015.
- [175] W. Xu, E. W. Lui, A. Pateras, M. Qian, and M. Brandt, “In situ tailoring microstructure in additively manufactured Ti-6Al-4V for superior mechanical performance,” *Acta Mater. J.*, vol. 125, 2017.

- [176] G. B. Viswanathan, T. Neeraj, and M. J. Mills, "Room temperature deformation and single-colony crystals of an alpha/beta titanium alloy," *Acta Mater.*, vol. 47, no. 3, 1999.
- [177] P. Li, D. H. Warner, A. Fatemi, and N. Phan, "Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V and perspective for future research," *Int. J. Fatigue*, vol. 85, pp. 130–143, 2016.
- [178] X. Zhang, F. Martina, J. Ding, X. Wang, and S. Williams, "Fracture toughness and fatigue crack growth rate properties in wire + arc additive manufactured Ti-6Al-4V," *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 40, no. 5, pp. 790–803, May 2017.
- [179] M. Ramulu, P. Edwards, and B.-P. Professor of Engineering, "Electron Beam Additive Manufacturing of Titanium Components: Properties and Performance," *Artic. J. Manuf. Sci. Eng.*, 2013.
- [180] S. Biroasca, J. Y. Buffiere, F. A. Garcia-Pastor, M. Karadge, L. Babout, and M. Preuss, "Three-dimensional characterization of fatigue cracks in Ti-6246 using X-ray tomography and electron backscatter diffraction," *Acta Mater.*, vol. 57, no. 19, pp. 5834–5847, Nov. 2009.
- [181] J. A. Hall, "Fatigue crack initiation in alpha-beta titanium alloys," *Int. J. Fatigue*, vol. 19, no. 93, pp. 23–37, Jun. 1997.
- [182] "Metallic Materials Properties Development and Standardization (MMPDS-05)," *Knovel*. [Online]. Available: [https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpMMPDSM11/viewerType:toc//root\\_slug:metallic-materials-properties/url\\_slug:metallic-materials-properties](https://app.knovel.com/web/toc.v/cid:kpMMPDSM11/viewerType:toc//root_slug:metallic-materials-properties/url_slug:metallic-materials-properties). [Accessed: 03-Mar-2022].
- [183] T. Boulanger, A. Chrysochoos, C. Mabru, and A. Galtier, "Calorimetric analysis of dissipative and thermoelastic effects associated with the fatigue behavior of steels," *Int. J. Fatigue*, vol. 26, pp. 221–229, 2004.
- [184] G. La Rosa and A. Risitano, "Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components," *Int. J. Fatigue*, vol. 22, pp. 65–73, 2000.
- [185] A. Blanche, "Effets dissipatifs en fatigue à grand et très grand nombre de cycles To cite this version : Thèse Effets dissipatifs en fatigue à grand et très grand nombre de cycles," Thèse de l'Université de Montpellier 2, 2013.
- [186] A. Galtier, O. Bouaziz, and A. Lambert, "Influence de la microstructure des aciers sur leur propriétés mécaniques Influence of steel microstructure on their mechanical properties," *Mécanique Ind.*, vol. 3, pp. 457–462, 2002.
- [187] B. Yang *et al.*, "Thermographic investigation of the fatigue behavior of reactor pressure vessel steels," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 314, pp. 131–139, 2001.
- [188] M. P. Luong, "Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique," *Mech. Mater.*, vol. 28, pp. 155–163, 1998.
- [189] J. Huang, M.-L. Pastor, C. Garnier, and X. Gong, "Rapid evaluation of fatigue limit on thermographic data analysis," *Int. J. Fatigue*, vol. 104, pp. 293–301, Nov. 2017.
- [190] A. Lipski, "Accelerated determination of the fatigue limit and the S-N curve by means of the thermographic method for X5CrNi18-10 steel," *Acta Mech. Autom.*, vol. Vol. 10, no. 1, pp. 22–27, 2016.
- [191] A. E. Morabito, V. Dattoma, and U. Galietti, "Energy analysis of fatigue damage by thermographic technique," *Thermosense XXIV*, vol. 4710, pp. 456–463, Mar. 2002.
- [192] J.-C. Krapez and D. Pacou, "Thermography detection of early thermal effects during fatigue tests of steel and aluminum samples," in *AIP Conference Proceedings - Conférence Brunswick*, 2002, vol. 615, no. 1, pp. 1545–1552.
- [193] J. Zghal, "Etude du comportement en fatigue à grand nombre de cycles d'un acier à haute limite d'élasticité HC360LA : endommagement , plasticité et phénomènes dissipatifs associés," Thèse de l'Ecole Centrale de Nantes, 2017.



- [194] Kaleta J, "Determination of cold work energy in LCF/HCF region," in *Proceeding of 4th International Conference on LCF and Elasto-Plastic - conférence Garmisch-Partenkirchen*, 1998.
- [195] C. Mareau, "Modélisation micromécanique de l'échauffement et de la microplasticité des aciers sous sollicitations cycliques," Thèse de l'ENSAM de Metz, 2008.
- [196] C. Mareau, D. Cuillerier, and F. Morel, "Experimental and numerical study of the evolution of stored and dissipated energies in a medium carbon steel under cyclic loading," *Mech. Mater.*, vol. 60, pp. 93–106, Jul. 2013.
- [197] P. Cugy and A. Galtier, "Microplasticity and temperature increase in low carbon steels," in *Proceedings of the 7th International Fatigue Conference - conférence Stockholm*, 2002.
- [198] A. Galtier, "Contribution à l'étude de l'endommagement des aciers sous sollicitations uni ou multi-axiales," Thèse de l'ENSAM de Paris, 1993.
- [199] F. Connesson, N. Maquin, F. Pierron, "Experimental energy balance during the first cycles of cyclically loaded specimens under the conventional yield stress," *Exp. Mech.*, vol. 51 (1), 23, 2010.
- [200] A. M. Korsunsky, D. Dini, F. P. E. Dunne, and M. J. Walsh, "Comparative assessment of dissipated energy and other fatigue criteria," *Int. J. Fatigue*, vol. 29, no. 9–11, pp. 1990–1995, Sep. 2007.
- [201] E. Charkaluk, "Fatigue des matériaux métalliques : quelques contributions à une approche dissipative," HDR de l'Université de Lille 1, 2007.
- [202] R. P. Skelton, "Energy criterion for high temperature low cycle fatigue failure," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 7, no. 5, pp. 427–440, 1991.
- [203] B. Berthel, B. Wattrisse, A. Chrysochoos, and A. Galtier, "Thermographic Analysis of Fatigue Dissipation Properties of Steel Sheets," *Strain*, vol. 43, no. 3, pp. 273–279, Aug. 2007.
- [204] C. Mabru and A. Chrysochoos, "Dissipation et couplages accompagnant la fatigue des matériaux métalliques," in *Proceedings, Photomécanique - conférence Poitiers*, 2001.
- [205] A. E. Morabito, A. Chrysochoos, V. Dattoma, and U. Galietti, "Analysis of heat sources accompanying the fatigue of 2024 T3 aluminium alloys," *Int. J. Fatigue*, vol. 29, no. 5, pp. 977–984, May 2007.
- [206] L. Carteron, C. Doudard, S. Calloch, B. Levieil, J. Beaudet, and F. Bridier, "Apports de l'analyse du couplage thermoélastique sous chargements cycliques pour la prévision des propriétés en fatigue d'assemblages soudés," in *CFM - Conférence Brest*, 2019.
- [207] B. Wattrisse, A. Chrysochoos, J.-M. Muracciole, and M. Némoz-Gaillard, "Kinematic manifestations of localisation phenomena in steels by digital image correlation," *Eur. J. Mech. A - Solids*, vol. 20, no. 2, pp. 189–211, Mar. 2001.
- [208] V. V. C. Wan, D. W. Maclachlan, and F. P. E. Dunne, "A stored energy criterion for fatigue crack nucleation in polycrystals," *Int. J. Fatigue*, vol. 68, pp. 90–102, 2014.
- [209] J. Warren and D. Y. Wei, "A microscopic stored energy approach to generalize fatigue life stress ratios," *Int. J. Fatigue*, vol. 32, no. 11, pp. 1853–1861, Nov. 2010.
- [210] G. I. Taylor and H. Quiney, "The latent energy remaining in a metal after cold working," *Proc. R. Soc. London. Ser. A, Contain. Pap. a Math. Phys. Character*, vol. 143, no. 849, pp. 307–326, Jan. 1934.
- [211] W. S. Farren, G. I. Taylor, B. W. S Farren, G. I. Taylor, and Y. Research, "The heat developed during plastic extension of metals," *Proc. R. Soc. London. Ser. A, Contain. Pap. a Math. Phys. Character*, vol. 107, no. 743, pp. 422–451, Mar. 1925.
- [212] W. Oliferukl, W. A. Switnicki, and M. W. Grabski, "A Effect of the grain size on the rate of energy storage during the tensile deformation of an austenitic steel," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 197, 1995.
- [213] I. Baker, L. Liu(Lee Louis), and D. Mandal, "The effect of grain size on the stored energy of cold work as a function of strain for polycrystalline nickel," *Scr. Metall. Mater.*, vol. 32, no. 2, pp. 167–171, Jan. 1995.

- [214] N. Hansen and D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Low energy dislocation structures due to unidirectional deformation at low temperatures," *Mater. Sci. Eng.*, vol. 81, no. C, pp. 141–161, Aug. 1986.
- [215] J. Chapuis, "Une approche pour l'optimisation des opérations de soudage à l'arc," Thèse de l'Université de Montpellier 2, 2011.
- [216] J. Xiong, Y. Lei, and R. Li, "Finite element analysis and experimental validation of thermal behavior for thin-walled parts in GMAW-based additive manufacturing with various substrate preheating temperatures," *Appl. Therm. Eng.*, vol. 126, pp. 43–52, Nov. 2017.
- [217] B. Zheng, Y. Zhou, J. E. Smugeresky, J. M. Schoenung, and E. J. Lavernia, "Thermal Behavior and Microstructural Evolution during Laser Deposition with Laser-Engineered Net Shaping: Part I. Numerical Calculations," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 39A, 2008.
- [218] M.Salem, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - octobre 2019," 2019.
- [219] M.Salem, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - octobre 2020," 2020.
- [220] M.Salem, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - avril 2021," 2021.
- [221] M.Salem, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - octobre 2021," 2021.
- [222] V. S. Raghunathan, V. Seetharaman, S. Venkadesan, and P. Rodriguez, "The Influence of Post Weld Heat Treatments on the Structure, Composition and the Amount of Ferrite in Type 316 Stainless Steel Welds," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 10A, 1979.
- [223] A. Ty, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - octobre 2020," 2020.
- [224] C. Dupressoire, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - octobre 2020," 2020.
- [225] C. Dupressoire, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - avril 2021," 2021.
- [226] Y. Balcaen, C. Dupressoire, and E. Loupias, "ANR MACCADAM - Réunion d'avancement - octobre 2021," 2021.
- [227] J. Donoghue, A. A. Antonysamy, F. Martina, P. A. Colegrove, S. W. Williams, and P. B. Prangnell, "The effectiveness of combining rolling deformation with Wire-Arc Additive Manufacture on  $\beta$ -grain refinement and texture modification in Ti-6Al-4V," *Mater. Charact.*, vol. 114, pp. 103–114, Apr. 2016.
- [228] M. Landowski, "Autogenous Fiber Laser Welding of 316L Austenitic and 2304 Lean Duplex Stainless Steels," *Materials (Basel)*, vol. 13, pp. 1–16, Jun. 2020.
- [229] A. Saboori *et al.*, "An investigation on the effect of powder recycling on the microstructure and mechanical properties of AISI 316L produced by Directed Energy Deposition," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 766, Oct. 2019.
- [230] T. Khuenkaew and K. Kanlayasiri, "Resistance spot welding of SUS316L austenitic/SUS425 ferritic stainless steels: Weldment characteristics, mechanical properties, phase transformation and solidification," *Metals (Basel)*, vol. 9, no. 6, Jun. 2019.
- [231] M. Hajian *et al.*, "Microstructure and mechanical properties of friction stir processed AISI 316L stainless steel," *Mater. Des.*, vol. 67, pp. 82–94, Feb. 2015.
- [232] J. M. Vitek, A. Dasgupta, and S. A. David, "Microstructural Modification of Austenitic Stainless Steels by Rapid Solidification," *Metall. Trans. A*, vol. 14A, 1983.
- [233] S. A. David, J. M. Vitek, R. W. Reed, and T. L. Hebble, "Effect of rapid solidification on stainless steel weld metal microstructures and its implications on the Schaeffler diagram - rapport Oak Ridge National Laboratory," Tennessee, Sep. 1987.
- [234] J. W. Elmer, S. M. Allen, and T. W. Eagar, "The influence of cooling rate on the ferrite content of stainless steel alloys," in *2nd International Conference on Trends in Welding Research - conférence Gatlinburg*, 1989, pp. 14–18.

- [235] J. A. Brooks and A. W. Thompson, "Microstructural development and solidification cracking susceptibility of austenitic stainless steel welds," *Int. Mater. Rev.*, vol. 36, no. 1, pp. 16–44, Jan. 1991.
- [236] H. Fredricksson, "The solidification sequence in an 18-8 stainless steel, investigated by directional solidification," *Metall. Trans. A*, vol. 3, pp. 2989–2997, 1972.
- [237] L. Ravix, "Maîtrise du procédé WAAM, phénomènes physiques et modélisation," Thèse du CEMEF de Sophia-Antipolis, 2022.
- [238] A. J. Sterling, B. Torries, N. Shamsaei, S. M. Thompson, and D. W. Seely, "Fatigue behavior and failure mechanisms of direct laser deposited Ti-6Al-4V," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 655, pp. 100–112, 2015.
- [239] M. A. Sutton, J.-J. Orteu, and H. W. Schreier, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*. Springer US - Livre, 2009.
- [240] B. Wattrisse, "Etude cinématique des phénomènes de localisation dans des aciers par intercorrélation d'image," Montpellier 2, 1999.
- [241] W. H. Press and S. A. Teukolsky, "Savitzky-Golay Smoothing Filters," *Cit. Comput. Phys.*, vol. 4, p. 669, 1990.
- [242] A. Chrysochoos and B. Wattrisse, "Fields of stored energy associated with localized Necking of steel," *J. Mech. Mater. Struct.*, vol. 4, no. 2, 2009.
- [243] B. Wattrisse, "Caractérisation du comportement thermomécanique des matériaux par imagerie quantitative," Université de Montpellier, 2006.
- [244] B. Halphen and Q. S. Nguyen, "Sur les matériaux standard généralisés," *J. Mécanique*, vol. 14, pp. 39–63, 1975.
- [245] A. Chrysochoos, J.-C. Chezeaux, H. Caumon, and A. Chrysochoos, "Analyse thermomécanique des lois de comportement par thermographie infrarouge," *Rev. Phys. Appl.*, vol. 24, no. 2, pp. 215–225, 1989.
- [246] A. Chrysochoos, J. M. Muracciole, and B. Wattrisse, "Experimental analysis of strain and damage localization," in *Continuous damage and fracture - conférence Cachan*, 2000.
- [247] P. Paufler and G. E. R. Schulze, "Plastic Deformation of the Intermetallic Compound MgZn<sub>2</sub>," *Phys. status solidi*, vol. 24, no. 1, pp. 77–87, Jan. 1967.
- [248] E. S. Fisher and D. Dever, "The single crystal elastic moduli of beta-titanium and titanium-chromium alloys," in *The Science, Technology and Application of Titanium - conférence Londres*, 1970, pp. 373–381.
- [249] G. Lutjering, J. C. Williams, and A. Gysler, "Microstructure and Mechanical properties of titanium alloys," in *Titanium - Livre*, Springer, 1997.

## Tables des figures

Figure 1 : classification et désignation usuelle ou commerciale des principales technologies de fabrication additive métallique [7].....	15
Figure 2 : principe de la technologie WAAM .....	16
Figure 3 : descriptif d'une installation MIG/MAG [8].....	16
Figure 4 : (a) évolution de la vitesse de dévidage et des formes d'ondes de courant et de tension au cours du cycle de transfert d'une goutte de métal liquide avec le procédé CMT / (b) visualisation in-situ de dépôt par CMT [10].....	17
Figure 5 : (a) représentation schématique de la zone de surfusion constitutionnelle (zone grisée) due au rejet de soluté dans le liquide qui abaisse la température de liquidus $T_L$ , associé à un faible gradient thermique $G_T$ au sein du liquide [27] / (b) représentation schématique d'une dendrite et de l'espacement des bras secondaires SDAS .....	19
Figure 6 : (a) valeurs typiques de gradients thermiques et de vitesses de solidification atteignables par différents procédés [33] / (b) influence du gradient thermique $G$ et de la vitesse de solidification $R$ , sur les structures de solidification [24].....	21
Figure 7 : (a) zones de croissance et de nucléation des grains dans le cas d'une transition colonnaire/équiaxe : vue de dessus du soudage d'une tôle [25] / (b) vue du plan de construction en fabrication additive [35] .....	22
Figure 8 : évolution du $G_T$ et $R$ selon la normale au bain de fusion [24].....	23
Figure 9 : simulation de structures de solidification par procédé FA-poudre et figures de pôle associées {100} selon BD avec BD = direction d'empilement - SD = direction de dépôt - TD = direction transverse ; (a) faible vitesse d'avance / (b) forte vitesse d'avance [35].....	23
Figure 10 : (a) diagramme de Schaeffer - ligne rouge : proportions de phases attendues pour les aciers 316L, en soudage à l'arc [40] / (b) diagramme pseudo-binaire 70%Fe-30%(Cr+Ni) montrant les différents modes de solidification et les phases obtenues après refroidissement dans les aciers inoxydables austénitiques [39].....	24
Figure 11 : (a) micrographie montrant deux morphologies de ferrite dans un acier inoxydable austénitique [45] / (b) représentation schématique des structures formées selon les différents modes de solidification [33].....	26
Figure 12 : (a-b) microstructure d'un mur en 316L fabriqué par WAAM : dernière couche contenant de la ferrite vermiculaire / (g-h) couches centrales avec reste de ferrite et phase sigma [44].....	27
Figure 13 : échelle de coloration utilisée pour quantifier l'épaisseur d'oxyde, selon la norme AWS D18.2 .....	28
Figure 14 : (a) pseudo diagramme binaire Ti-6Al - V [72] / (b) diagramme TRC du TA6V [73].....	28
Figure 15 : (a) micrographies avec présence de joints primaire $\beta$ / (b).....	29
Figure 16 : I = macrographie et micrographies d'un mur en TA6V fabriqué en WAAM-plasma [71] /.....	30
Figure 17 : (a) représentation schématique de la couche fragilisée / (b) échelle qualitative de coloration surfacique du titane [63] .....	31
Figure 18 : (a) orientation d'un système de glissement par rapport à l'axe d'effort [99] / (b) schématisation des lignes de glissement et des marches provenant du glissement de plans denses [100].....	33
Figure 19 : (a) représentation schématique d'une courbe de Wöhler montrant les 3 domaines de fatigue / (b) courbes expérimentales issues d'essais : une croix correspond à une éprouvette testée [111]..	35
Figure 20 : évolution de la vitesse de propagation des fissures selon les stades du phénomène de fatigue, montrant également le rôle des barrières microstructurales, entre autres les joints [112].....	35
Figure 21 : (a) micrographie de surface présentant des BGP sur 316L au stade d'initiation [124] / (b) schéma présentant l'initiation d'une microfissure depuis la surface, puis sa propagation à travers les grains [99] / (c) micrographie montrant une microfissure créée à partir d'une BGP orientée défavorablement, puis s'arrêtant sur joint / (d) micrographie montrant une multi-fissuration en surface avec début de propagation dans le volume [113] .....	36

Figure 22 : (a) micrographies de la surface d'une éprouvettes en acier inoxydable austénitique testée en fatigue oligocyclique : initiation de fissures sur BGP orientée défavorablement et zoom sur la propagation se produisant perpendiculairement à l'effort [113] / (b) faciès de fractographie : initiation depuis la surface et (c) depuis une inclusion présente dans le volume [99].....	37
Figure 23 : différents types de comportement en cyclage à contraintes imposées [109] .....	38
Figure 24 : (a) schéma présentant deux types de plans de glissement de la phase ferritique (110) et (112) / (b).....	39
Figure 25 : micrographies : (a) fissures amorcées en phase austénitique / (b) initiation à un joint ferrite-ferrite [100] / (c) fissure s'amorçant sur une intrusion en surface [141].....	40
Figure 26 : courbes de traction vraie et taux d'écroutissage selon l'orientation du grain principale [52]	41
Figure 27 : (a) tests de fatigue HCF et LCF sur éprouvettes prélevées dans des murs 304L fabriqués par WAAM-MIG/MAG : courbes d'évolution de la déformation selon la direction de sollicitation (Verticale ou Horizontale) [55] / (b) micrographie d'une pointe de fissure stoppée dans la zone de liaison entre couches déposées [152].....	42
Figure 28 : systèmes de glissement possible dans le cristal HC [157].....	42
Figure 29 : (a) variation du module d'Young : de la phase $\alpha$ du titane selon la direction de sollicitation par rapport à l'axe principal c du prisme selon différentes études / (b) de la phase $\beta$ selon la direction de sollicitation définie par 2 angles dans le système cubique [158] .....	43
Figure 30 : calcul du facteur de Schmid selon le type de plan et l'axe de sollicitation sur un monocristal $\alpha$ [162].....	44
Figure 31 : Différences de faciès de rupture en traction selon la microstructure obtenue par traitement thermique sur alliage $\beta$ Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr [165] .....	44
Figure 32 : (a) courbes de Wöhler sur TA6V présentant différents types de microstructures [169] / (b) micrographie de fissure de fatigue sur TA6V fabriqué en WAAM-TIG [71].....	45
Figure 33 : graphique rassemblant les résultats d'essais de fatigue réalisés sur des éprouvettes en TA6V fabriquées par différents procédés FA [177] .....	46
Figure 34 : (a) augmentation de température en cyclage, selon le nombre de cycles effectués pour différents niveaux de contraintes [184] / (b) évolution de la température moyenne stabilisée au cours d'un essai de cyclage par paliers en fonction de l'amplitude de contrainte, révélant les deux régimes permettant d'estimer la limite de fatigue [189].....	48
Figure 35 : (a) évolution de la dissipation intrinsèque au cours d'essais de chargements cycliques par blocs : une série de blocs sur acier [183] / (b) succession de séries de blocs à amplitude de contraintes maximale inférieure à $\sigma_D$ et (c) avec amplitude supérieure à $\sigma_D$ [99].....	49
Figure 36 : schéma montrant la contribution à l'évolution de la température par les effets thermoélastiques et dissipatifs [203] .....	50
Figure 37 : évolution du ratio $\beta$ : (a) au cours d'un essai de traction pour différentes taille de grains sur aciers austénitiques - A = 8 $\mu\text{m}$ et B = 80 $\mu\text{m}$ [212] / (b) au cours de cyclages avec différentes amplitudes de contraintes [195].....	51
Figure 38 : schématisation du programme de recherche .....	54
Figure 39 : plateforme robotisée du LMGC, utilisée pour la fabrication additive WAAM-MIG/MAG-CMT .....	57
Figure 40 : géométrie des bruts de fabrication, localisation et orientation des éprouvettes plates destinées à la caractérisation en traction et en fatigue.....	58
Figure 41 : vues du montage au niveau du substrat 316L et de son système de bridage .....	58
Figure 42 : (a) mono-cordons déposés sans protection : en 316L / (b) en TA6V / (c) comparaison de mono-cordons en 316L réalisés avec différents niveaux de protection (c) .....	59
Figure 43 : (a) photo du montage avec deux trainards de chacun des côtés de la buse / (b) grille diffusante sous le trainard.....	59
Figure 44 : position des thermocouples dans le cas du 316L, en surface du substrat sur lequel ont été déposées les deux premières couches .....	61
Figure 45 : détermination du contour de bain de fusion : (a) description de la scène / (b) tracé manuel du contour .....	61

Figure 46 : détermination par le biais des clichés : (a) des hauteurs et longueurs de bains fondus / (b) des hauteurs ajoutées par la couche en cours .....	62
Figure 47 : (a) paramètres principaux utilisés pour les Types de murs en 316L / (b) comparaison des vitesses de soudage et des gradients thermiques relatifs attendus.....	65
Figure 48 : (a) paramètres principaux utilisés pour les Types de murs en TA6V / (b) comparaison des vitesses de soudage et des gradients thermiques relatifs attendus.....	66
Figure 49 : formes d'ondes des tensions et intensités des Type-P1 et -P2 à la 3ème couche de fabrication d'un mur en 316L.....	67
Figure 50 : (a) énergie linéique et (b) fréquence des cycles CMT calculées sur 10 secondes en régime stationnaire dans différentes couches lors de la fabrication des murs en 316L, pour les Type-P1 et -P2 .....	68
Figure 51 : Tracé $U = f(l)$ pour deux couches d'un mur en 316L Type-P1. Mise en parallèle avec les formes d'onde et les différentes phases du cycle CMT.....	68
Figure 52 : formes d'ondes des tension et intensité du Type-P3 à la couche n°5 du mur en TA6V .....	69
Figure 53 : températures relevées par le biais des thermocouples : ensemble des couches du Type-P2.	70
Figure 54 : températures relevées par le biais des thermocouples : ensemble des couches du Type-P1.	70
Figure 55 : mesures par thermocouples des températures relevées sur les 6 premières couches de la fabrication Type-P2.....	71
Figure 56 : (a)(b) montage et positionnement des thermocouples sur le substrat lors de la fabrication du mur en TA6V de Type-P3 .....	72
Figure 57 : résultats de mesures des thermocouples selon leur positionnement sur le mur en TA6V de Type-P3.....	73
Figure 58 : évolution de la taille du bain liquide en fonction du numéro des couches pour les murs (a) Type-P1 et (b) Type-P2 en 316L .....	74
Figure 59 : évolution de la taille du bain liquide en fonction du numéro des couches pour le Type-P3 en TA6V.....	75
Figure 60 : (a)(b) photos de murs en 316L Type-P1 fabriqués sans inertage / (c) mur de Type-P2 fabriqué sans inertage après nettoyage .....	75
Figure 61 : fabrication de murs en TA6V : (a) vue de dessous des trainards et de la buse / (b) photo d'un mur Type-P3.....	76
Figure 62 : photos des murs en 316L produits avec les paramètres de Type-P1 à -P5 de droite à gauche .....	76
Figure 63 : (a) définition des caractéristiques morphologiques mesurées à partir des coupes transversales des cordons et (b) des caractéristiques morphologiques mesurées à partir des profils de surface ....	77
Figure 64 : vues en coupe transversale de murs Type-P2 construits avec et sans inertage .....	78
Figure 65 : photos des murs en TA6V : (a) Type-P1, (b) Type-P2 et (c) Type-P3 / (d) coupes transversales au milieu de ces murs présentés dans l'ordre -P1 à -P3 .....	79
Figure 66 : macrographies de coupes transversales des murs : Type-P1-non inerté à gauche et Type-P2-inerté à droite – les attaques chimiques sont différentes entre les photos du milieu et celles à l'extérieur.....	83
Figure 67 : macrographies de surfaces latérales (plans X-Z) des murs.....	84
Figure 68 : résultats des analyses EBSD : cartes IPF tracées à partir de 700 cartographies EBSD de $5 \mu\text{m}^2$ avec DE la direction d'empilement, DB celle de balayage et DT la tangentielle et figures de pôles pour les (a)(b) Type-P2-inerté et (c)(d) Type-P1-non inerté .....	85
Figure 69 : micrographies sur coupe transversale du Type-P2-non inerté montrant : (a) les différentes zones / (b) un agrandissement .....	86
Figure 70 : (a) micrographie MEB et (b)(c) analyse EDS du mur Type-P2 révélant le réseau de ferrite delta au sein de la matrice austénitique.....	86
Figure 71 : : micrographies optiques sur coupes transversales de la zone de lunule $A_N$ : (a) Type-P1 / (b) Type-P2 .....	87
Figure 72 : micrographies d'une coupe transversale du Type-P1-non inerté montrant : (a) les différentes zones / (b) un agrandissement (b).....	88

Figure 73 : mesure de la désorientation entre grains sur carte EBSD le long d'une génératrice parcourant la largeur d'un mur.....	89
Figure 74 : micrographies optiques d'une coupe transversale d'un mur Type-P5-non inerté.....	89
Figure 75 : profils de teneur en ferrite mesurés sur une carte EBSD pour le Type-P2-inerté.....	90
Figure 76 : micrographie optique obtenue par le biais du microscope Keyence montrant les différentes sous-zones et les niveaux de taux de ferrite.....	91
Figure 77 : profils de teneur en ferrite mesurés sur une carte EBSD pour le Type-P1-inerté.....	91
Figure 78 : micrographies optiques de coupes transversales de mur Type-P2-inerté avec ou sans traitement thermique d'une heure trente minutes. Les images de droite sont obtenues par traitement d'image avec seuillage afin de révéler la ferrite.....	92
Figure 79 : clichés MEB avec défauts entourés et analyses EDS montrant la répartition des éléments Si et Cr.....	92
Figure 80 : macrographies des murs à l'état brut : (a) coupes transverses avec de gauche à droite les Type-P1, -P2 et -P3/ (b) coupe longitudinale du mur Type-P3 à une extrémité / (c) coupe transverse du Type-P3 avec mise en évidence du phénomène de banding / (d) coupe horizontale (perpendiculaire à l'axe de construction) du mur Type-P3.....	93
Figure 81 : cartographie IPF après test de traction sur matériau TA6V Type-P3.....	94
Figure 82 : micrographies optiques révélant la microstructure des murs Type-P1 à -P3 de gauche à droite. Le cliché du Type-P2, au centre, présente un ex-joint de grain $\beta$ .....	94
Figure 83 : microstructures du mur Type-P3 hors zone de banding (images MO).....	95
Figure 84 : micrographie optique de la zone de banding du mur Type-P3.....	95
Figure 85 : mesure de la taille des ex-grains $\beta$ selon le traitement thermique, effectuée par contournement manuel sur assemblages de clichés MO et détermination du diamètre de Féret minimal.....	95
Figure 86 : évolution de la taille des lamelles alpha selon la température de traitement thermique effectué.....	96
Figure 87 : micrographies optiques du mur Type-P3 après traitements thermiques de (a) 2h à 590°C et (b) 1020°C.....	96
Figure 88 : (a) diagramme pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à 70% de fer [42] avec positionnement de l'alliage 316L utilisé / (b) description des étapes de solidification et de transformation à l'état solide.....	98
Figure 89 : zone de liaison entre $C_N$ et $A_N$ du Type-P2 : (a) micrographie optique / (b) micrographie MEB.....	99
Figure 90 : simulation numérique thermo-hydrodynamique de la fabrication d'un mur : (a) vue 3D avec une couche fondue en cours de dépôt / (b) observation des flux de matière et des champs de température : coupe longitudinale dans le plan X-Z, à $y=0$ / (c) coupe transversale dans le plan Y-Z à $x=30$ mm [26].....	100
Figure 91 : résultats issus de simulations numériques réalisées par le CEMEF montrant les caractéristiques des champs thermiques le long de l'isotherme correspondant au liquidus, pour les Type-P1 et Type-P2.....	101
Figure 92 : représentation schématique des gradients thermiques $G_T$ et des directions et taux de solidification $R$ selon la position dans le cordon.....	102
Figure 93 : (a) évolution de la teneur en ferrite selon sa morphologie au sein d'un lingot 304L coulé, au cours d'un maintien à 1260°C [31] / évolution de la ferrite lamellaire dans les différentes couches d'un acier 316L déposées en WAAM, (b) dans la dernière couche et (c) dans l'avant-dernière couche [44].....	104
Figure 94 : analyse thermique différentielle sur matériau Type-P3 [226].....	106
Figure 95 : dispositif global des essais thermomécaniques.....	111
Figure 96 : (a) éprouvette d'épaisseur 2 mm en 316L : en position de test avec zone d'étude CIN indiquée / (b) positions initiales et déplacées des pixels en essais / (c) cartographie de déformations $e_{yy}$ de Green-Lagrange, après plastification et en configuration initiale.....	113
Figure 97 : carte totale de la caméra : (a) niveaux informatiques de tous les pixels à une température du corps noir de 45°C / (b) température approximée et pixels défectueux déterminés.....	114

Figure 98 : évolution relative d'un cycle mécanique : (a) impact du temps d'intégration sur la durée de la scène observée / (b) adéquation fréquence machine et fréquence acquisition des caméras.....	116
Figure 99 : acquisition d'une image de la cale par les deux caméras permettant d'effectuer leur correspondance spatiale.....	117
Figure 100 : sources de chaleur calculées suite à un essai de traction sur acier [185].....	121
Figure 101 : essai de cyclage sur matériau 316L : (a) évolution de la source cyclique thermoélastique en moyenne sur la zone utile de l'éprouvette lors d'un essai de cyclage par paliers, à chacun des paliers / (b) séparation de la source totale en 2 sources au cycle n°7 de la figure-(a), après plastification	122
Figure 102 : essai de traction sur acier : (a) courbes mécaniques / (b) évolution de l'énergie stockée aux zones choisies (étude locale par CIN avec les caméras et globale avec le banc machine) [246].....	124
Figure 103 : énergie de dissipation intrinsèque cumulée wd1 selon les pas de lissages : (a) énergie moyenne de l'échantillon / (b) moyennée uniquement dans les zones de haute déformation.....	125
Figure 104 : éprouvette de Type-P1-TTH1-Horizontale en traction monotone : (a) énergie cumulée en J/m <sup>3</sup> à 400MPa : wp / (b) wd1 avec lissage de température selon un pas de 8 et lissage du Laplacien selon un pas de 20 / (c) idem, mais lissage du Laplacien selon un pas de 50 - avec des calculs 1D (gauche) ou 2D (droite).....	126
Figure 105 : éprouvettes Type-P2 inertées détensionnées : recherche de correspondance entre cartes wpl (gauche) et wd1 (droite) : (a) éprouvette horizontale / (b) verticale .....	127
Figure 106 : résultats des essais de traction réalisés sur matériaux 316L.....	130
Figure 107 : (a) énergies wpl / (b) wd1.....	131
Figure 108 : comparaison des cartes en configuration lagrangienne avec profils de déformation moyenne, et courbes contraintes-déformations vraies en différents points des éprouvettes : (a) éprouvettes horizontale et (b) verticale de Type-P2 inerté .....	132
Figure 109 : photographies d'éprouvettes Type-P2 en fin d'essais mettant en évidence les zones de strictions : (a) éprouvette horizontales / (b) verticale .....	133
Figure 110 : cartographies d'énergies de déformation wpl dans les éprouvettes verticales, pour des niveaux de contraintes supérieures de 10 à 30 MPa à la limite d'élasticité.....	133
Figure 111 : (a) énergies wpl / (b) wd1 - dans les zones de hautes déformations .....	134
Figure 112 : extraction des courbes wd1 des éprouvettes horizontales TTH1 dans les zones de hautes déformations .....	135
Figure 113 : (a) représentation schématique de l'orientation majoritaire de la structure CFC des grains dans les éprouvettes du Type-P2 d'après les calculs EBSD / (b) calcul des facteurs de Schmid selon l'angle de rotation autour de l'axe Z pour les systèmes $111 < 101 >$ .....	136
Figure 114 : modèle composite : (a) observation micrographique et schématisation de la microstructure / (b) présence ou absence du réseau ferritique selon le traitement thermique appliqué / (c) effet de la traction selon l'orientation et le traitement thermique appliqués .....	137
Figure 115 : correspondance des zones identifiées au chapitre III sur orientation et éprouvette verticale Type-P2 non inerté : (a) macrographie sur coupe transversale et indication de la zone de prélèvement d'une éprouvette dans l'épaisseur d'un mur / (b) éprouvette après rupture / (c) carte d'énergie de déformation après plastification .....	138
Figure 116 : influence de la zone de prélèvement des éprouvettes dans deux murs différents de Type-P2 : (a) coupes métallographiques et scan-3D avec indication de la surface exposée/ (b) cartes d'énergies de déformation avec grandissements positionnés en correspondance d'une tranche d'éprouvette	139
Figure 117 : 316L : (a) description de l'essai de cyclage par paliers / (b) exemple de l'estimation de la limite d'endurance par la méthode des tangentes utilisant la température.....	140
Figure 118 : limites d'endurance estimées sur courbes « d'auto-échauffement » .....	141
Figure 119 : (a) évolution de wd1 moyen au cours des essais de cyclage par paliers / (b) limites d'endurance estimées sur courbes wd1 .....	142
Figure 120 : différence entre la limite d'endurance estimée sur courbes wd1 et la limite d'élasticité (moyenne).....	143
Figure 121 : évolution du module de Young en fonction de la contrainte appliquée à chaque palier ...	143



Figure 122 : comparaison sur éprouvette de Type-P2-inerté selon l'orientation d'extraction, de la source dissipative cyclique $d_1$ , au palier suivant le passage de la limite d'élasticité déterminée en traction .....	143
Figure 123 : (a) déplacement de la traverse machine en fonction du nombre de cycles, moments d'acquisition caméras en traits bleu / (b) déformation plastique maximale des échantillons au cours des essais de fatigue.....	145
Figure 124 : (a) évolution de l'énergie de dissipation par cycle $wd_1$ / (b) cumulée $wd_1$ .....	146
Figure 125 : évolution de $wd_1$ : (a) pour différents niveaux de contraintes maximales / (b) lors de l'alternance du niveau de contraintes (blocs de cycles) .....	147
Figure 126 : faciès de rupture d'une éprouvette Type-P1 non inertée verticale.....	148
Figure 127 : (a) faciès de rupture d'une éprouvette Type-P1 non inertée horizontale / (b) faciès de rupture d'une éprouvette Type-P2 non inertée horizontale, dans la zone de rupture brutale.....	148
Figure 128 : observations après tests de fatigue : (a) fissure initiée depuis la tranche de l'éprouvette / (b) bandes de glissements après test à hautes contraintes – MO en contraste inter-différentiel.....	149
Figure 129 : $wd_1$ estimée à la limite d'élasticité particulière +30 MPa, niveau de référence, d'après l'interpolation des courbes obtenues en cyclage par paliers.....	150
Figure 130 : résultats des essais de traction réalisés sur matériaux TA6V.....	153
Figure 131 : énergies (a) $wpl$ / (b) $wd_1$ .....	154
Figure 132 : (a) comparaison des énergies de déformation $wpl$ selon les zones hautes et basses déformations / (b) photos des éprouvettes en fin d'essais.....	155
Figure 133 : facteurs de Schmid calculés à partir d'analyses EBSD dans les zones déformées d'éprouvettes de micro-traction sur Type-TTH1-V : (a) plans basaux / (b) plans prismatiques .....	156
Figure 134 : comparaison des énergies de dissipation $wd_1$ selon les zones hautes et basses déformations .....	156
Figure 135 : macrographies des éprouvettes après essais de traction (gauche) et micrographies en zones fissurées (droite) : (a) Type-TTH1-H / (b) Type-TTH1-V .....	157
Figure 136 : faciès de rupture observés au MEB après essais de traction sur Type : (a) TTH1-H / (b) TTH1-V / (c) TTH2-H / (d) TTH2-V.....	159
Figure 137 : schéma expliquant la propagation de fissures sur la ligne de fusion ou le long des joints $\alpha_{GB}$ .....	160
Figure 138 : TA6V : (a) description de l'essai de cyclage par paliers / (b) exemple de l'estimation de la limite d'endurance par la méthode des tangentes utilisant la température.....	161
Figure 139 : limites d'endurance estimées sur courbes « d'auto-échauffement » .....	162
Figure 140 : (a) évolution de $wd_1$ moyen au cours des essais de cyclage par paliers / (b) limites d'endurance estimées sur courbes $wd_1$ / (c) différence entre la limite d'endurance estimée sur courbes $wd_1$ et la limite d'élasticité (moyenne).....	163
Figure 141 : comparaison des énergies de dissipation $wd_1$ entre zones de basses et hautes déformations, selon le Type et l'orientation .....	163
Figure 142 : déformation plastique maximale des échantillons au cours des essais de fatigue .....	165
Figure 143 : $wd_1$ : (a) échantillons testés au cycle de contrainte de référence ( $\sigma_{max} = 770$ MPa) / (b) échantillons testés à différents niveaux de $\sigma_{max}$ .....	165
Figure 144 : faciès de rupture suite à tests à $\sigma_{max} = 770$ MPa pour les Types: (a) TTH1-V / (b) TTH1-H / (c) TTH2-V / (d) TTH2-H .....	168
Figure 145 : micrographie d'une coupe transversale d'un mur Type-P2-inerté .....	178
Figure 146 : exemple de détermination de la constant OD via la méthode des moindres carrés.....	179



## Fabrication additive par procédé arc-fil : élaboration et caractérisation en fatigue de pièces en acier 316L et alliage de titane TA6V

**Résumé :** Le procédé de fabrication additive *WAAM* (*wire-arc-additive-manufacturing*), dérivé du procédé de soudage à l'arc, est plébiscité car il permet notamment la réalisation de pièces massives. Il tend cependant à produire des macrostructures de grains colonnaires texturées, menant à une anisotropie de comportement mécanique. Peu de travaux ont été menés à ce jour sur l'impact des paramètres du procédé sur les microstructures formées, ainsi que sur leur comportement mécanique, notamment en fatigue. Dans ce contexte, la fabrication *WAAM*, et l'étude des structures métallurgiques et des comportements mécaniques des matériaux obtenus, notamment en phase d'initiation à la fatigue, ont été réalisées. Les matériaux de base choisis sont l'acier inoxydable *316L* et l'alliage de titane *TA6V*. Dans un premier temps, la fabrication d'éprouvettes par empilement de mono-cordons a été réalisée. L'impact du réglage des paramètres du procédé et ses conséquences physiques (caractéristiques électriques de l'arc, températures, taille du bain), mesurées par le biais d'une instrumentation *in-situ*, sur les géométries obtenues (taille de cordons, qualité du mouillage), a été analysé. Dans un second temps, l'impact des jeux de paramètres sur les caractéristiques des structures granulaires formées, ainsi que sur les particularités des sous-structures, a été étudié en lien avec les données physiques récoltées. Les phénomènes de solidification et d'évolution en phase solide propres au procédé *WAAM*, différents pour chacun des deux matériaux étudiés, ont été discutés. L'application de traitements thermiques a permis l'obtention de matériaux différents des états bruts (proportions de phases, tailles des sous-structures...). Le comportement mécanique des structures fabriquées par *WAAM* a ensuite été étudié par le biais d'essais de traction, de cyclage par paliers de charges, et enfin de fatigue. Ces essais sont complémentaires, et permettent d'appréhender les phénomènes de déformation plastique et d'initiation de fissures en fatigue. Ces analyses ont été menées dans un cadre thermomécanique : des champs d'énergies de déformation et de sources de chaleur sont estimés après traitement d'images *CCD* et infrarouge. L'évolution de la dissipation intrinsèque témoigne de phénomènes irréversibles d'endommagements. Ces analyses ont permis de révéler des différences de comportements selon la direction de chargement et les microstructures générées. Les calculs de champs de déformation et de dissipation ont permis d'identifier les zones favorisant la déformation et l'endommagement de fatigue au sein des éprouvettes. Ils contribuent à une meilleure compréhension des comportements des matériaux, et de l'influence des caractéristiques microstructurales induites par les réglages du procédé.

**Mots clés :** fabrication additive, *WAAM*, *CMT*, *316L*, *TA6V*, solidification, texture, traction, fatigue, thermomécanique, dissipation, corrélation d'images, thermographie.

## Additive manufacturing by wire-arc process : production and fatigue characterization of 316L steel and TA6V titanium alloy parts

**Abstract :** The wire-arc-additive-manufacturing (*WAAM*) process, derived from arc welding process, is acclaimed in particular because it allows the production of massive parts. However, it tends to produce textured macrostructures of columnar grains, leading to an anisotropic mechanical behaviour. Few studies have been carried out to date on the impact of the process parameters on the microstructures formed, as well as their mechanical behaviour, particularly in fatigue. In this context, the *WAAM* production, and the study of the metallurgical structures and the mechanical behaviours of the materials obtained, in particular the fatigue initiation phase, were conducted. The chosen base materials are the *316L* stainless steel and the *TA6V* titanium alloy. At first, the manufacturing of specimens by stacking of welding beads was realised. The impact of the process parameters setting and its physical consequences (electrical characteristics of the arc, temperatures, size of the bath), measured by means of *in-situ* instrumentation, on the geometries obtained (beads size, wetting), were analysed. In a second step, the impact of the sets of parameters on the characteristics of the granular structures formed, as well as on the particularities of the substructures, was studied in connection with the physical data collected. The phenomena of solidification and evolution in the solid phase specific to the *WAAM* process, which are different for each of the two materials studied, were discussed. The application of heat treatments has permitted to obtain materials different from the as-welded states (phase proportions, sizes of the substructures, etc.). The mechanical behaviour of the structures manufactured by *WAAM* was then studied through tensile, staircase cycling, and finally fatigue tests. These tests are complementary, and make it possible to understand the phenomena of plastic deformation and initiation of fatigue cracks. These analyses were held in a thermomechanical framework : strain energy fields and heat sources were estimated after processing *CCD* and infrared images. The evolution of the intrinsic dissipation testifies to irreversible damage phenomena. These analyses made it possible to reveal differences in behaviour according to the loading direction and the microstructures generated. Calculations of deformation and dissipation fields have permitted to identify the areas prone to deformation and fatigue damage within the specimens. They contribute to a better understanding of the behaviours of materials, and of the influence of microstructural characteristics induced by process settings.

**Keywords :** additive manufacturing, *WAAM*, *CMT*, *316L*, *TA6V*, solidification, texture, traction, fatigue, thermomechanics, dissipation, image correlation, thermography.