Étude des synergies entre les procédés de fabrication additive et les procédés conventionnels pour la mise au point d'aciers à hautes performances mécaniques

Louis Lemarquis

▶ **To cite this version:**

Louis Lemarquis. Étude des synergies entre les procédés de fabrication additive et les procédés conventionnels pour la mise au point d'aciers à hautes performances mécaniques. Matériaux. INSA de Rennes, 2022. Français. NNT : 2022ISAR0016 . tel-04483372

HAL Id: tel-04483372

https://theses.hal.science/tel-04483372

Submitted on 29 Feb 2024

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.

DOCTORAT MATIERE BRETAGNE MOLECULES LOIRE ET MATERIAUX

INSA RENNES

THESE DE DOCTORAT DE

L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES RENNES
COMUE UNIVERSITE BRETAGNE LOIRE

ECOLE DOCTORALE N° 596
Matière, Molécules, Matériaux
Spécialité : « *Sciences des Matériaux* »

Par

Louis LEMARQUIS

Étude des synergies entre les procédés de fabrication additive et les procédés conventionnels pour la mise au point d'aciers à hautes performances mécaniques

Thèse présentée et soutenue à Saclay, le 18 juillet 2022
Unité de recherche : ISCR – UMR6226
Thèse N° : 22ISAR 21 /D22 - 21

Rapporteurs avant soutenance :

Brigitte Bacroix	Directrice de Recherche – Université Paris Nord-Paris 13
Éric Charkaluk	Directeur de Recherche – École Polytechnique

Composition du Jury :

Président :	Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon	Professeur – Mines de Paris
Examinateurs :	Brigitte Bacroix	Directrice de Recherche – Université Paris Nord-Paris 13
	Éric Charkaluk	Directeur de Recherche – École Polytechnique
	Pierre-François Giroux	Ingénieur de Recherche – CEA Paris-Saclay
	Hicham Maskrot	Ingénieur de Recherche – CEA Paris-Saclay
Dir. de thèse :	Philippe Castany	Maître de Conférence – INSA Rennes

Remerciements

Je souhaite commencer ces remerciements par mes encadrants de thèse qui m'ont épaulé pendant ces trois années. Mes premiers remerciements sont adressés à Pierre-François Giroux pour la pertinence de ses conseils et pour les nombreuses discussions, scientifiques mais pas que. J'exprime également ma sincère gratitude à Philippe Castany, mon directeur de thèse à l'INSA de Rennes, avec qui ce fut un réel plaisir de travailler malgré la distance. J'associe Hicham Maskrot à ces remerciements pour l'autonomie et la confiance qui m'ont été accordées pour ce travail de longue haleine.

Cette thèse est le fruit d'une collaboration entre deux laboratoires du CEA Paris-Saclay : le Laboratoire de Technologie des Matériaux Extrêmes (LTMEx) et le Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces et des Lasers (LISL). Je souhaite dès lors nommer et remercier les personnes qui ont contribué à la réussite de ces travaux.

Du côté du LTMEx, je pense en premier lieu à Édouard de Sonis, également compère de fortune. Merci pour ton aide et pour le travail que l'on a pu effectuer ensemble. Bon courage pour l'année à venir. Remerciements appuyés à Stéphane LeBras pour son aide sur la réalisation et le traitement des essais mécaniques au LTMEx. Je tiens enfin à remercier David Soumet et Frédéric Bondiguel pour le laminage à froid des matériaux. Mention spéciale à Frédo, coéquipier modèle au handball également.

Côté LISL, deux énormes merci pour commencer à Bassem Barkia et Olivier Hercher : le premier pour son expertise en caractérisation métallurgique qui m'a été extrêmement bénéfique pour lancer cette thèse avant son départ ; le second pour m'avoir formé aux machines L-PBF, pour sa disponibilité et son aide sans faille pour élaborer les matériaux de cette thèse. Je tiens à remercier Cécile Blanc et Jérôme Varlet pour leur aide technique face aux multiples caprices du MEB FEG.

J'adresse des remerciements très chaleureux à Núria de Almeida dont les travaux menés au cours de son stage de fin d'étude sont de grande qualité, et le tout mené avec un engagement remarquable.

Au cours de ces trois années, je ne pourrais oublier les personnes qui m'ont permis de garder une bonne humeur, en particulier pendant ces périodes difficiles. Je remercie plus particulièrement Laurent, à qui je conseille très sérieusement de changer de voiture. Merci à Éric pour son expertise en cookies, je retiendrai ton talent à Smash Bros et Mario Kart. Je me souviendrai des histoires et des coups de sang de James sur à peu près tous les sujets imaginables. J'ai également une pensée à l'ensemble des permanents des deux laboratoires du CEA, que j'ai croisés plus ou moins fréquemment, comme Denis, Cédric, Christophe ou encore Ayoub.

Ces personnes ont tellement rendu cette expérience inoubliable qu'ils méritent un paragraphe à part entière. Je veux bien sûr parler de mes compagnons de fortune, ou d'infortune, sur la route du doctorat.

Tout d'abord, j'ai une pensée pour Émilien, Léna, Élodie et Aziz qui m'ont accueilli en début de thèse. Merci pour vos conseils qui m'ont permis de partir du bon pied.

Aux plus jeunes, je pense à Loïc, Baptiste, William et Quentin, je vous souhaite beaucoup de courage et de patience pour surmonter les difficultés de cette ascension. Bon vent ! Et n'oubliez pas de rester professionnel en toutes circonstances.

Mes remerciements vont particulièrement aux doctorants que j'ai cotoyés pendant presque trois années. Tanguy, collègue et coloc pour qui Pau est le centre de la France si ce n'est du monde, mais sans qui les périodes confinement/couvre-feu auraient été bien moins supportables. Anthony, grand amateur de frites au vinaigre qui a assuré une maintenance impeccable de la machine à café. Guillaume, compère de la discussion du vendredi soir et fervent pratiquant de l'aqua-poney en semi-pro. Édouard, encore lui, qui devra s'améliorer à la pétanque et au billard avant notre prochaine rencontre. Claire, dont le pot d'arrivée en thèse était plus proche de la fin de celle-ci que du début. Timothée, spécialiste du meme et du photomontage, et véritable pétrolette sur le terrain. Alice, dont le courage et la persévérance m'impressionnent encore.

Merci à l'ensemble de mes amis, je pense en particulier à Victor, Jérémy, Bruno et Aïna pour les moments passés ensemble, et ce malgré la distance pour certains.

Enfin, je cloturerai ces remerciements en m'adressant aux personnes qui me supportent depuis le tout début de cette aventure, débutée il y a plus de vingt ans et dont le doctorat marque une fin dans une certaine mesure : ma famille. À mes parents, je ne serai jamais assez reconnaissant pour tout ce qu'ils ont fait tout au long de ces années, soutien, conseils, surtout lors des moments difficiles. Mes derniers remerciements vont à mon oncle, ma tante et mes cousins qui m'ont toujours soutenu et aidé lors de cette aventure parisienne entamée dix ans auparavant. Sans eux, l'exil parisien d'un marseillais tout juste bachelier aurait eu une saveur toute autre.

Table des matières

Remerciements *1*
Table des matières *5*
Acronymes *11*

Introduction générale **13**

1. État de l'art **17**

1.1. Contexte général de l'étude **17**
1.1.1. Présentation générale des réacteurs nucléaires de quatrième génération (GenIV) 17
1.1.2. Les réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium (RNR-Na) 18
1.1.3. Cœur de réacteur RNR-Na et tubes hexagonaux 19
1.1.4. Procédé de fabrication des tubes hexagonaux et fabrication additive 20

1.2. Fabrication additive métallique **21**
1.2.1. Présentation générale 21
1.2.1.1. Définition et procédé général de la fabrication additive 21
1.2.1.2. Intérêts et limites de la fabrication additive 22
1.2.1.3. Différents procédés de FA métallique 23
1.2.2. La Fusion Laser sur Lit de Poudre (L-PBF) 25
1.2.2.1. Description du procédé 25
1.2.2.2. Mécanisme de solidification et formation de défauts 26
1.2.2.3. Paramètres du procédé et optimisation 30
1.2.3. La poudre métallique 32
1.2.3.1. Caractéristiques nécessaires pour l'utilisation par le procédé L-PBF 32
1.2.3.2. Procédés d'élaboration des poudres et FA métallique 34
1.2.3.3. Recyclage de la poudre métallique 35
1.2.4. Post-traitements et procédés de construction hybrides 35
1.2.4.1. Retrait des supports et rectification 35
1.2.4.2. Traitements thermiques (TTH) 36
1.2.4.3. Compression Isostatique à Chaud (CIC ou HIP) 36
1.2.4.4. Méthodes de mise-en-forme 36
1.2.4.5. Méthodes hybrides de fabrication 37

1.3. L'acier austénitique inoxydable 316L **38**
1.3.1. Généralités 38
1.3.1.1. Caractéristiques chimiques 38
1.3.1.2. Domaines d'application 39
1.3.2. Propriétés microstructurales brutes de fabrication 39
1.3.2.1. Acier 316L conventionnel 39
1.3.2.2. Acier 316L consolidé par L-PBF 40

1.3.2.3. Bilan ... 48
1.3.3. Propriétés mécaniques de l'acier 316L consolidé par L-PBF ... 49
1.3.3.1. Propriétés en traction dans le cas général et comparaison avec l'acier 316L conventionnel ... 49
1.3.3.2. Influence des paramètres procédés sur les propriétés en traction uni-axiale ... 52
1.3.3.3. Influence de la poudre initiale ... 52
1.3.3.4. Bilan ... 53

1.4. Post-traitement du 316L L-PBF ... 53
1.4.1. Déformation et laminage à froid ... 53
1.4.1.1. Mécanismes généraux de déformation plastique ... 54
1.4.1.2. Déformation de l'acier 316L ... 58
1.4.2. Traitements thermiques ... 60
1.4.2.1. Mécanismes généraux lors des traitements thermiques ... 60
1.4.2.2. Évolution microstructurale de l'acier 316L L-PBF au cours de différents traitements thermiques ... 62
1.4.2.3. Évolution des précipités à haute température ... 64
1.4.2.4. Évolution des propriétés mécaniques ... 65
1.4.2.5. Évolution microstructurale de l'acier 316L au cours d'un cycle laminage à froid – traitement thermique ... 66

1.5. Synthèse de l'état de l'art ... 68

2. Méthodes expérimentales ... 71

2.1. Production des ébauches en acier inoxydable 316L par consolidation par le procédé L-PBF ... 71
2.1.1. Informations générales ... 71
2.1.1.1. Rappel général sur le procédé ... 71
2.1.1.2. Poudres utilisées ... 71
2.1.1.3. Conception en amont des pièces par CAO (Conception Assistée par Ordinateur) 73
2.1.1.4. Préparation des plateaux et premières couches ... 74
2.1.2. Machine L-PBF TruPrint série 1000 ... 74
2.1.2.1. Présentation de la machine ... 74
2.1.2.2. Paramètres de construction utilisés ... 76
2.1.2.3. Construction des ébauches ... 77
2.1.3. Machine L-PBF SLM 280HL ... 78
2.1.3.1. Présentation de la machine ... 78
2.1.3.2. Paramètres de construction utilisés ... 79
2.1.3.3. Construction des ébauches ... 80
2.1.4. À propos des supports de construction ... 81
2.1.5. Post-traitement des ébauches produites ... 82

2.2. Traitements conventionnels utilisés ... 83
2.2.1. Laminage plan à froid ... 83
2.2.1.1. Laminoir plan à froid de l'INSA de Rennes ... 83
2.2.1.2. Laminoir plan du LTMEx (CEA Paris-Saclay) ... 84

2.2.2. Traitements thermiques 85
2.2.3. Nomenclature des échantillons analysés 85

2.3. Outils de caractérisation des matériaux 87
2.3.1. Caractérisation des poudres 87
2.3.1.1. Granulométrie et densité tapée 87
2.3.1.2. Analyse chimique Oxygène / Azote 88
2.3.2. Mesure de densité des échantillons 88
2.3.3. Caractérisations microstructurales 89
2.3.3.1. Préparation des échantillons métallographiques 89
2.3.3.2. Microscopie optique 91
2.3.3.3. Microscopie Électronique à Balayage (MEB) 92
2.3.4. Essais mécaniques 96
2.3.4.1. Essais de macro-dureté (HV) 96
2.3.4.2. Mesure par ultrasons des modules d'élasticité et de Poisson 96
2.3.4.3. Essais de traction uni-axiale 96

3. Propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier 316L L-PBF brut de consolidation 99

Remarques préliminaires 100

3.1. Propriétés des poudres 100
3.1.1. Granulométrie et densité tapée 101
3.1.2. Composition chimique des poudres 102

3.2. Effet d'un changement de machine et des paramètres de consolidation sur les propriétés microstructurales de l'acier 316L L-PBF 102
3.2.1. Consolidation de la poudre SLM sur la TruPrint série 1000 103
3.2.1.1. Propriétés microstructurales 103
3.2.1.2. Porosité et encombrement de plateau 104
3.2.2. Consolidation de la poudre SLM sur la SLM280HL 105
3.2.2.1. Analyse chimique et densité relative de l'acier consolidé 105
3.2.2.2. Propriétés microstructurales 105
3.2.3. Lien entre différences microstructurales et paramètres procédés 106

3.3. Effet d'un changement de poudre sur les propriétés microstructurales de l'acier 316L consolidé par L-PBF 107
3.3.1. Consolidation de la poudre Praxair sur la SLM280HL 107
3.3.1.1. Analyse chimique et densité relative de l'acier consolidé 107
3.3.1.2. Propriétés microstructurales 108
3.3.2. Comparaison des caractéristiques la microstructure Praxair avec les résultats d'A. Chniouel – Effets des paramètres de consolidation 109
3.3.3. Comparaison entre les microstructures SLM et Praxair – Influence de la poudre 110

3.4. Propriétés mécaniques des ébauches brutes de fabrication 111
3.4.1. Directions analysées 111

3.4.2. Macro-dureté, modules de Young et coefficients de Poisson 112
3.4.3. Essais de traction uni-axiale 113
3.4.3.1. Éprouvettes cylindriques 113
3.4.3.2. Éprouvettes plates 115
3.4.3.3. Écrouissage et contrainte critique de maclage 116
3.4.4. Faciès de rupture des éprouvettes rompues 118
3.4.4.1. Degré d'anisotropie de comportement mécanique 119
3.4.4.2. Modes de rupture de l'acier 316L L-PBF 120
3.4.4.3. Précipitation et porosité 121

3.5. Liens entre propriétés microstructurales et propriétés en traction 122
3.5.1. Effet de la texture cristallographique sur l'activation des modes de déformation 122
3.5.1.1. Orientations préférentielles de glissement dans un monocristal 122
3.5.1.2. Orientations préférentielles de maclage dans un monocristal 123
3.5.1.3. Compétition entre glissement de dislocations et maclage 124
3.5.1.4. Passage au polycristal et à l'échelle macroscopique 124
3.5.2. Importance de la texture sur le comportement en traction 125
3.5.3. Discussion sur la correspondance entre les valeurs théoriques et expérimentales des contraintes critiques de maclage 126
3.5.4. Effets éventuels de la taille et de la morphologie des grains 127

3.6. Bilan du chapitre 3 129

4. Propriétés en laminage à froid de l'acier 316L L-PBF 131

4.1. Plan d'expérience complet 132

4.2. Essais préliminaires et porosité 132
4.2.1. Laminage maximal possible sans fissuration 132
4.2.2. Porosité et densité relative 133

4.3. Effet du laminage à froid sur les propriétés microstructurales du 316L L-PBF 133
Remarques préliminaires 133
4.3.1. Acier SLM – Cas d'un acier 316L L-PBF « classique » 134
4.3.1.1. Taille et morphologie des grains 134
4.3.1.2. Évolution de la texture cristallographique 136
4.3.2. Acier Praxair – Cas d'un acier 316L L-PBF à microstructure singulière 137
4.3.2.1. Taille et morphologie des grains 137
4.3.2.2. Évolution de la texture 137
4.3.3. Évolution des propriétés microstructurales suite au laminage à froid 138

4.4. Maclage lors du laminage des aciers 316L consolidés par L-PBF 140
4.4.1. Taux surfaciques de grains maclés des microstructures laminées 140
4.4.2. Protocole de détermination expérimentale du variant de maclage activé 141
4.4.2.1. Définition des systèmes de glissement et des variants de maclage 142
4.4.2.2. Principe général 142
4.4.2.3. Construction de la projection stéréographique à partir des angles d'Euler 143

4.4.2.4. Détermination des variants possiblement activés 144
4.4.2.5. Vérification du variant effectivement activé....146
4.4.3. Sélection de variant de maclage activé lors du laminage du 316L L-PBF....147
4.4.3.1. Analyse complète de la cartographie de l'échantillon SSV_L10....147
4.4.3.2. Conditions de maclage pour un acier 316L L-LPBF laminé à froid à 10%....148
4.4.3.3. Limites de l'approche : compétition glissement/maclage et difficultés de passage à l'échelle macroscopique....151
4.4.4. Discussion sur le maclage des aciers 316L L-PBF lors du laminage à froid....152

4.5. Effet du laminage à froid sur les propriétés mécaniques 154
4.5.1. Micro-dureté et module de Young....154
4.5.2. Essais de traction uni-axiale....155
4.5.2.1. Éprouvettes cylindriques – Direction de traction selon *RD* 156
4.5.2.2. Éprouvettes plates 160
4.5.3. Faciès de rupture des éprouvettes....166

4.6. Bilan du chapitre 4.... 167

5. Traitement thermique de l'acier 316L consolidé par L-PBF.....171

Remarque préliminaire 172

5.1. Traitement thermique des aciers 316L bruts consolidés par L-PBF.... 172
5.1.1. Choix des effets voulus sur les microstructures après TTH 172
5.1.2. Détermination des gammes de traitement thermique et étalonnage du four ELTI 1600....172
5.1.3. Traitement thermique à 900°C pendant 1h 173
5.1.3.1. Les invariants : morphologie des grains, texture cristallographique et précipitation 173
5.1.3.2. Sous-structures cellulaires et joints de bain de fusion....174
5.1.4. Traitement thermique à 1200°C pendant 1h – Recristallisation....175
5.1.4.1. Protocole de calcul de la fraction recristallisée par le GOS (Grain Orientation Spread) 175
5.1.4.2. Cinétique de recristallisation des aciers SLM et Praxair....178
5.1.4.3. Précipitation dans les aciers SLM et Praxair recristallisés....179
5.1.5. Évolution de la micro-dureté....183

5.2. Propriétés en laminage à froid de l'acier 316L L-PBF après traitement thermique 184
5.2.1. Étude complète sur une ébauche en acier SLM traitée à 900°C pendant 1h puis laminée à 20%....184
5.2.1.1. Évolution microstructurale....184
5.2.1.2. Module de Young et micro-dureté....185
5.2.1.3. Propriétés en traction uni-axiale 186
5.2.1.4. Bilan....188
5.2.2. Propriétés en laminage à froid de l'acier 316L L-PBF après TTH 900°C/1h - Étude de l'ensemble des configurations 189

5.2.2.1. Évolution microstructurale lors du laminage à froid de l'acier SLM traité à 900°C/1h....189
5.2.2.2. Laminage à froid de l'acier Praxair traité à 900°C / 1h....190
5.2.2.3. Suivi de micro-dureté....191
5.2.3. Traitement à 1200°C / 1h des ébauches de dimensions 150 x 60 x 25 mm^3....191
5.2.3.1. Recristallisation partielle des ébauches traitées....191
5.2.3.2. Précipitation dans l'acier Praxair traité à 1200°C non recristallisé....193

5.3. Traitement thermomécanique des aciers 316L consolidés par L-PBF 193
5.3.1. Abaissement de la température de recristallisation – Analyse des ébauches laminées et traitées à 900°C pendant 1h....194
5.3.1.1. Microstructure et taux de recristallisation....194
5.3.1.2. Suivi de micro-dureté....196
5.3.1.3. Hypothèses possibles pour expliquer l'influence ou non de la direction de laminage 197
5.3.2. Traitement thermique à 1200°C sur les aciers SLM et Praxair laminés....199
5.3.2.1. Traitement thermique à 1200°C pendant 1h....199
5.3.2.2. Évolution des microstructures pour un temps de maintien plus élevé : 3h....201
5.3.2.3. Croissance anormale pour l'acier Praxair laminé 20% puis traité à 1200°C....203

5.4. Bilan du chapitre 5.... 207

Conclusion générale et perspectives....211

6. Annexes....219

6.1. Configurations étudiées et nomenclature.... 220

6.2. Plans de prélèvement des éprouvettes pour les ébauches étudiées.... 221

Références bibliographiques....223

Acronymes

BD	Direction de construction (Building Direction)
CAO	Conception Assistée par Ordinateur
CIC	Compression Isostatique à Chaud
CFC	Cubique à Faces Centrées
EBSD	Electron BackScatter Diffraction
EDX	Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (Energy-Dispersive X-ray spectroscopy)
FA	Fabrication Additive
FEG	Field Emission Gun
FS	Facteur de Schmid
GOS	Grain Orientation Spread
HD	Distance inter-cordons (Hatching Distance)
HV_{10}	Micro-dureté Vickers – Charge 10 kg
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectrometry
IPF	Figure de pôle inverse (Inverse Pole Figure)
IQ	Indice de Qualité
LAGB	Low-Angle Grain Boundary (Joint de grains à faible désorientation)
LC2M	Laboratoire d'Étude du Comportement Mécanique des Matériaux
LISL	Laboratoire d'Ingénierie des Surfaces et Lasers
L-PBF	Fusion Laser sur Lit de Poudre (Laser Powder Bed Fusion)
LTMEx	Laboratoire de Technologie des Matériaux Extrêmes
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
MET	Microscopie Électronique en Transmission
MO	Microscopie Optique
ND	Direction de compression entre les rouleaux de laminage (Normal Direction)
ODF	Fonction de distribution des orientations (Orientation Distribution Function)
RCC-MRx	Règles de conception et de construction des matériels mécaniques des installations nucléaires hautes températures, expérimentales et de fusion
RD	Direction de laminage (Rolling Direction)
RX	Recristallisation / Recristallisé
SE	Électrons secondaires (Secondary Electrons)
SEARS	Service d'Études Analytiques et de Réactivité des Surfaces

SIBM	Mécanisme de migration induite (Strain Induced Boundary Migration)
SRMA	Service de Recherche de Métallurgie Appliquée
SFE	Énergie de défaut d'empilement (Stacking-Fault Energy)
TD	Direction transverse
TTH	Traitement Thermique

Introduction générale

Développée à partir des années 1980 et connaissant un véritable essort depuis 20 ans, l'impression 3D est une méthode d'élaboration qui consiste à construire des pièces par ajout de matière par couches successives. Cette nouvelle approche d'élaboration des matériaux est plus généralement nommée Fabrication Additive (FA), par opposition aux méthodes conventionnelles d'usinage et de mise en forme dites soustractives. Plus connue dans un premier temps du grand public par le biais des matériaux polymères et céramiques, cette technologie connaît une croissance importante depuis une dizaine d'années pour la consolidation de pièces en alliages métalliques, possibilité offerte par les progrès récents dans le domaine des sources LASER.

La FA métallique permet d'ouvrir la voie vers de nouvelles logiques de fabrication, notamment par la consolidation de pièces aux géométries complexes construites par Conception Assistée par Ordinateur (CAO). Les différentes technologies de FA métallique, dont la plus mature est la Fusion Laser sur Lit de Poudre (L-PBF en anglais pour Laser – Powder Bed Fusion), sont d'ores et déjà utilisées de nos jours dans de nombreuses industries à haute valeur ajoutée comme l'aéronautique et le spatial [1]. Cette capacité à produire directement des pièces à géométrie complexe offre deux avantages principaux :

- Le design de pièces aux géométries inatteignables par l'utilisation de procédés conventionnels de mise en forme. Cela permet par exemple de réduire le poids de pièces de structure dans l'aéronautique en les évidant pour ne conserver que les zones d'intérêt assurant leur tenue mécanique. Les échangeurs de chaleur aussi peuvent être construits en un seul bloc, la FA métallique permettant d'inclure directement le circuit de refroidissement sans joint ni soudure.
- La simplification de la cascade des procédés nécessaires à l'obtention d'une pièce ayant une fonction similaire. Dans le cas des échangeurs de chaleur, la pièce peut être fabriquée en une seule étape de consolidation quand plusieurs sont nécessaires pour des procédés conventionnels.

Ces avantages ont poussé le Département américain de l'Énergie (DOE), et le laboratoire national d'Oak Ridge qui y est affilié, à lancer en 2020 le programme de démonstrateur « Transformational Challenge Reactor » [2]. L'objectif principal de ce programme est de construire à l'horizon 2023 un démonstrateur de réacteur nucléaire dont les pièces sont produites par le biais de la FA métallique. Ce programme vise à « *introduire de nouveaux matériaux avancés* [...] *en s'appuyant sur des avancées scientifiques susceptibles d'ouvrir une nouvelle voie dans la conception, la fabrication, l'homologation et l'exploitation des réacteurs* ». La FA métallique ne se limite pas à un procédé alternatif pour l'obtention de pièces dont le design est déjà établi mais constitue un procédé complémentaire qui vient s'ajouter à la palette des multiples procédés conventionnels de mise en forme des matériaux existants pour produire de nouveaux designs de pièces.

L'association entre les procédés de FA métallique et les procédés conventionnels, aussi appelée hybridation, est un sujet d'intérêt croissant. D'après Anne Delansalut dans un article daté de 2019 [3], « *si la fabrication additive a, jusqu'à présent, suivi une trajectoire de développement relativement traditionnelle, il est fort probable que sa maturité industrielle passera par l'hybridation c'est-à-dire sa pleine intégration dans les process de fabrication* ».

Par conséquent, l'étude des propriétés des matériaux issus de la consolidation par FA métallique, et qui ont subi par la suite une ou plusieurs étapes de mise en forme par des procédés conventionnels, est essentielle pour comprendre et intégrer à terme de la FA métallique dans les procédés usuels de fabrication.

Cette nécessité est d'autant plus prégnante que les microstructures et les propriétés mécaniques des matériaux issus de la FA métallique diffèrent de manière importante par rapport à celles obtenues par les procédés conventionnels, que ce soit, par exemple, pour les aciers [4,5] ou pour des alliages de titane [6]. L'obtention de microstructures singulières par les procédés de FA métallique, avec notamment la présence d'une sous-structure cellulaire pour certaines nuances, peut aboutir à une évolution différente des propriétés de ces matériaux vis-à-vis d'un procédé conventionnel de mise en forme. L'apport des procédés conventionnels peut également résider dans l'amélioration des propriétés microstructurales de ces matériaux, tout en conservant leurs principaux attraits, à savoir une bonne résistance mécanique couplée à une bonne ductilité.

Hébergée au sein du projet RBNEW qui regroupe les actions « incitatives et innovantes pour les énergies bas carbone », cette thèse s'inscrit dans cette optique générale d'intégration des procédés de FA métallique pour le développement de nouveaux matériaux et procédés pour l'industrie nucléaire, par le biais d'une compréhension de l'évolution des caractéristiques de ces matériaux au cours des procédés de mise en forme conventionnels.

Cette étude se focalise sur la nuance d'acier inoxydable 316L consolidée par le procédé L-PBF, dans la continuité des travaux d'Aziz Chniouel [5]. La nuance 316L est une nuance très utilisée dans le domaine du nucléaire, et cette nuance consolidée par L-PBF est un sujet d'étude important dans la littérature scientifique. Toutefois, comme l'a observé A. Chniouel, la consolidation de deux poudres conformes aux spécifications de la nuance 316L peut aboutir à l'obtention de deux aciers aux propriétés microstructurales et mécaniques singulières, l'une anisotrope à grains colonnaires et l'autre isotrope aux grains quasi-équiaxes.

L'objectif de cette thèse est d'étudier l'évolution des propriétés microstructurales et mécaniques d'aciers 316L consolidés avec des paramètres optimisés, au cours de procédés de mise en forme conventionnels et des traitements thermiques.

Cette brève mise en contexte est complétée de manière plus exhaustive par un état de l'art exposé au Chapitre **1**, qui donnera les clés de lecture pour ce manuscrit. Au-delà de ce chapitre, ce document s'articule en quatre chapitres de résultats et deux annexes :

- Le Chapitre **2** présente les méthodes expérimentales utilisées lors de cette thèse. Il couvre notamment les principales informations relatives à l'élaboration des matériaux étudiés, les points importants concernant les moyens de caractérisation microstructurale employés, ainsi que les paramètres d'étude des propriétés mécaniques des matériaux, principalement en traction.
- Le Chapitre **3** se focalise sur les propriétés microstructurales et mécaniques des aciers 316L bruts de consolidation par le procédé L-PBF. Une attention particulière est portée sur la morphologie granulaire et la texture cristallographique des microstructures et leur impact sur les propriétés en traction des aciers considérés.

- Le Chapitre **4** aborde les propriétés de ces aciers suite à un laminage plan à froid, tant d'un point de vue microstructural que mécanique. Une étude complémentaire portant sur le maclage de ces aciers austénitiques suite au laminage à froid est présentée.
- Enfin, le Chapitre **5** évalue l'apport potentiel des traitements thermiques sur l'amélioration des propriétés des matériaux en laminage à froid. Une étude portant sur un traitement thermomécanique (laminage à froid et traitement thermique associé), est proposée.

1. État de l'art

Après une brève mise en contexte de la thèse dans les activités de recherche actuelles du CEA, cette première partie est consacrée à une étude bibliographique portant sur les procédés de fabrication additive, en particulier le procédé de Fusion Laser sur Lit de Poudre L-PBF, et sur les propriétés de l'acier inoxydable 316L, à l'état conventionnel et à l'état consolidé par L-PBF. De plus, une section porte sur l'évolution des propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier 316L conventionnel lors du laminage à froid. Enfin, cet état de l'art fait également mention des dernières études portant sur le post-traitement des pièces L-PBF.

1.1. Contexte général de l'étude

1.1.1. Présentation générale des réacteurs nucléaires de quatrième génération (GenIV)

La production d'une électricité décarbonée est un des enjeux majeurs de la transition énergétique et de la lutte contre le dérèglement climatique. En effet, d'après le rapport de l'International Energy Agency de 2019 [7], les émissions de CO_2 relatives à la production d'électricité se sont élevées à 13 Gt, ce qui correspond à environ 38% des émissions relatives à l'énergie sur l'année 2019. La combustion de ressources fossiles telles que le charbon, le gaz ou le pétrole représente encore près de 64% de la production d'électricité à l'échelle de la planète. Pour limiter les émissions de CO_2, le développement des énergies renouvelables et de l'hydro-électricité est souvent mentionné dans le paysage médiatique, le nucléaire étant tombé en disgrâce depuis l'accident nucléaire de Fukushima Daiichi en 2011. Néanmoins, la filière électronucléaire reste un moyen efficace de production d'électricité bas-carbone, qui est de surcroît moins sensible aux aléas météorologiques contrairement aux énergies solaire et éolienne. Le rapport spécial du Groupe d'Experts Intergouvernemental sur l'évolution du Climat (GIEC) publié en 2018 et intitulé « Global Warming of 1.5°C » mentionne par ailleurs l'usage de l'énergie nucléaire dans quatre modèles d'évolution dans lesquels la hausse globale de température est limitée à 1,5°C [8].

L'avenir de l'énergie nucléaire pose pourtant certaines interrogations, notamment sur la gestion des déchets radioactifs. Pour cela, le développement de nouvelles générations de réacteur nucléaire semble incontournable pour surmonter les défis futurs en améliorant les performances de production d'électricité et en permettant, si possible, une gestion durable des déchets. À cet effet, le Forum International Génération IV a été fondé en 2001, à l'initiative des États-Unis, dans le but de créer « un effort de coopération international qui cherche à développer la recherche nécessaire pour tester les faisabilité et performance des systèmes nucléaires de quatrième génération pour une mise à disposition pour un développement industriel à l'horizon 2030 » [9]. Six technologies sont alors envisagées pour les réacteurs de GenIV [10] :

- Les réacteurs à neutrons rapides refroidis au gaz (GFR) ;
- Les réacteurs à neutrons rapides refroidis au plomb (LFR) ;
- Les réacteurs à sels fondus (MSR) ;
- Les réacteurs à eau supercritique (SCWR) ;
- Les réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium (SFR ou RNR-Na pour l'acronyme français) ;
- Les réacteurs à très hautes températures (VHTR).

1.1.2. Les réacteurs à neutrons rapides refroidis au sodium (RNR-Na)

Dans le cadre du GIF, chaque pays membre décide de la technologie à développer en fonction d'intérêts politiques, économiques et technologiques. En France, le système RNR-Na a été retenu, motivé notamment par son fort potentiel pour le recyclage et la réutilisation des actinides à haute activité [11], et par l'expérience acquise à partir des années 1960 grâce au développement de trois réacteurs expérimentaux : Rapsodie, Phénix et Superphénix. Son utilisation serait alors en parallèle des réacteurs à eau pressurisée comme exposé en **Figure 1.1**. Un autre avantage est l'incorporation de l'isotope 238 de l'uranium dans le combustible, et non l'uranium 235 seulement.

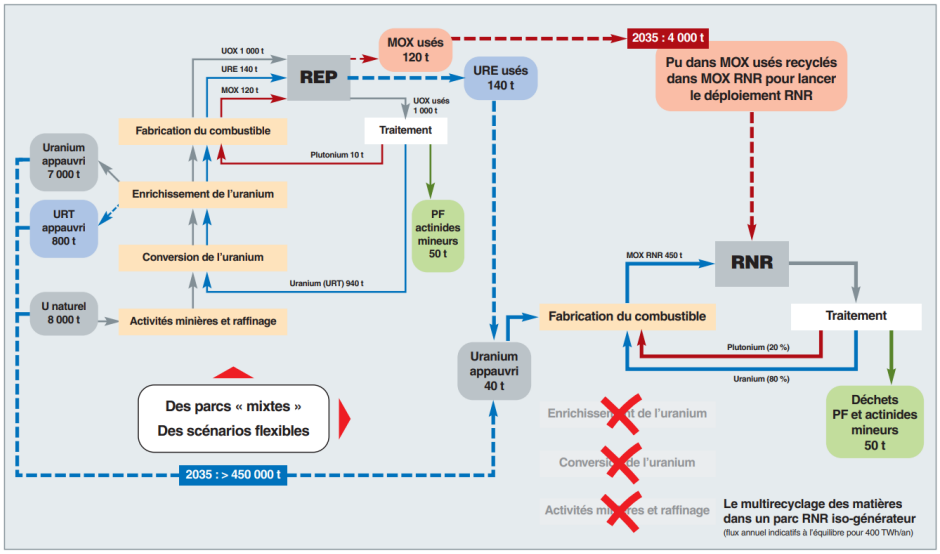


Figure 1.1 - Couplage entre les cycles combustibles des réacteurs à eau et des réacteurs à neutrons rapides [11].

Le principe de fonctionnement des réacteurs RNR-Na est présenté en **Figure 1.2**. Les RNR-Na sont à neutrons rapides, ce qui constitue une différence majeure avec les réacteurs à eau pressurisée de troisième génération dit « à neutrons thermiques ». Cette caractéristique impose alors une condition majeure au fluide caloporteur utilisé : il doit être le plus transparent possible au flux neutronique pour éviter une thermalisation excessive des neutrons. Compte tenu des contraintes, le sodium liquide a été retenu pour les études françaises, même si d'autres fluides sont envisagés comme exposé en **1.1.1**.

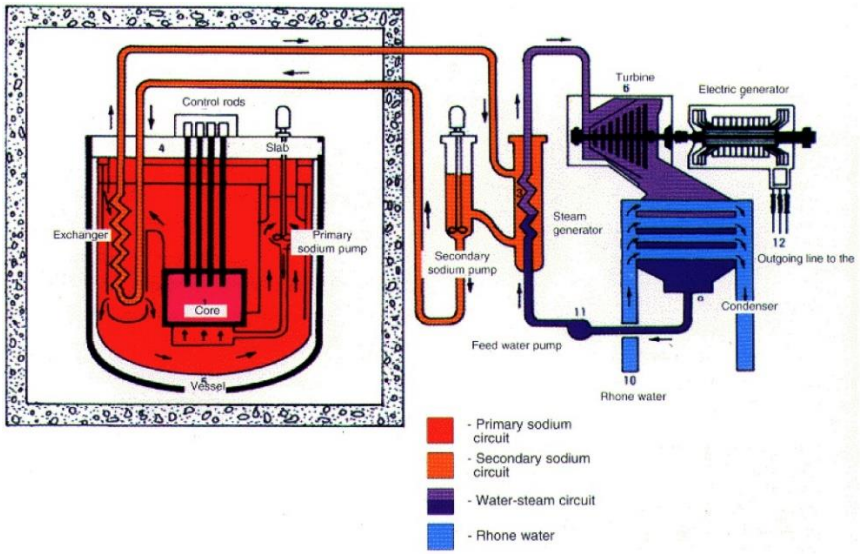


Figure 1.2 - Schéma du circuit du réacteur expérimental Phénix [12].

.

1.1.3. Cœur de réacteur RNR-Na et tubes hexagonaux

Dans la continuité des études expérimentales menées sur Superphénix, la construction d'un nouveau réacteur expérimental, ayant un rôle de démonstrateur, était envisagée, jusqu'à l'abandon du projet par le CEA en 2019 : le projet ASTRID (Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration). Cette thèse s'inscrit dans le développement de matériaux et de procédés pour la fabrication de certains composants du cœur d'ASTRID : les tubes d'assemblage hexagonaux (TH) ou « wrapper tube » dans la langue de Shakespeare [13].

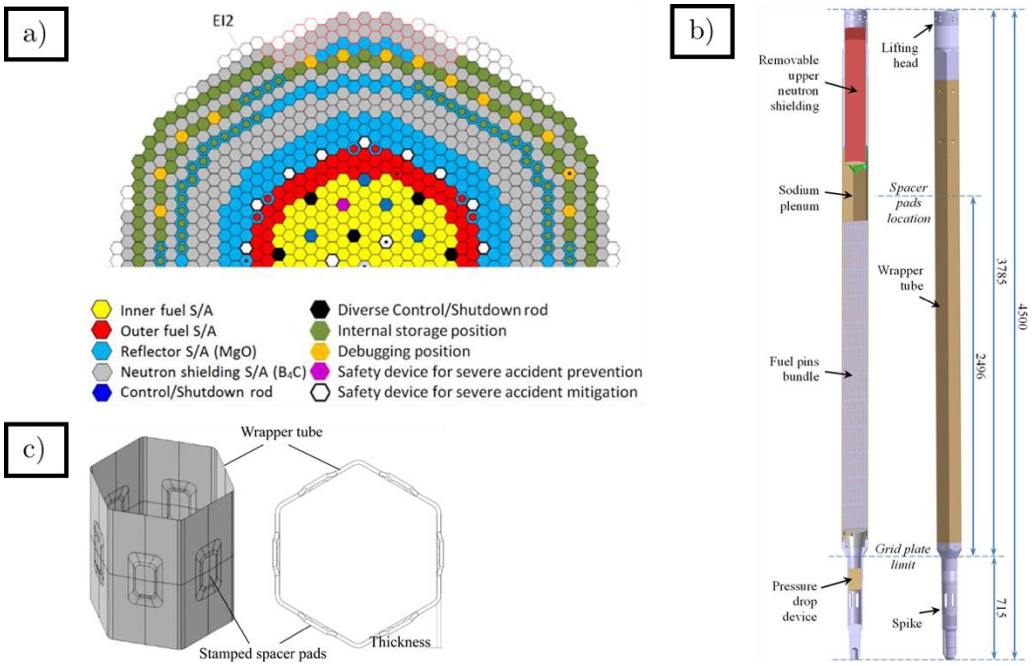


Figure 1.3 - **a)** Cœur d'ASTRID avec les différents assemblages de combustible [13].
b) Assemblage du combustible [13].
c) Section d'un tube d'assemblage hexagonal [13].

Le cœur d'ASTRID est composé de multiples tubes d'assemblage hexagonaux d'environ 17 cm de côté et 4,5 m de hauteur (**Figure 1.3 a)**), plongés dans un bain de sodium utilisé comme fluide caloporteur. Les assemblages combustibles, comme exposés en **Figure 1.3 b)**, sont composés de 217 aiguilles contenant elles-mêmes des pastilles de combustibles. Si les matériaux envisagés pour les gaines de combustible sont des aciers austénitiques de type AIM-1 (15% Cr / 15% Ni + Ti) ou des aciers ODS martensitiques ou ferritiques (9-14% Cr renforcés), l'acier martensitique EM10 (9% Cr / 1% Mo) est préféré en raison des conditions de service sur ASTRID : 500°C, environ 150 dpa et sa résistance au gonflement sous irradiation [14].

1.1.4. Procédé de fabrication des tubes hexagonaux et fabrication additive

De par leur géométrie, les tubes hexagonaux ont un procédé de fabrication envisagé particulier comme exposé en **Figure 1.4 a)**. Il consiste à forger dans un premier temps un tube cylindrique, puis de l'étirer à froid à travers une filière hexagonale afin d'obtenir la géométrie voulue. Néanmoins ce procédé présente certains inconvénients, tant d'un point de vue matériaux que purement procédé [15,16]:

- Tout d'abord, le procédé d'étirage induit des hétérogénéités microstructurales et mécaniques, en particulier entre les angles et les surfaces plates du polygone.
- Le temps de fabrication est assez long. À cela s'ajoute une disponibilité limitée des bancs d'étirage en France avec 1 ou 2 bancs disponibles pour les tailles et la filière considérées.

Avec les progrès de la fabrication additive métallique, qui sera présentée en détail en 1.2, il est possible de construire en une seule étape une pièce de géométrie complexe. Dans ce cas, comme exposé en **Figure 1.4 b)**, une simplification du procédé de production peut être envisagée : la construction d'une préforme de forme hexagonale par fabrication additive suivie d'une étape de laminage à froid peut aboutir au tube hexagonal final.

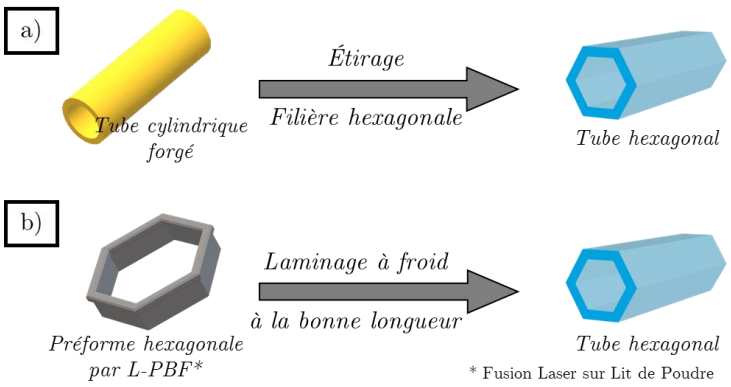


Figure 1.4 - **a)** Procédé de fabrication envisagé à l'heure actuelle.
b) Procédé de fabrication potentiel incorporant la technologie de fabrication additive.

Cette thèse a été lancée dans cette optique, et dans une problématique plus globale de l'intégration des procédés de fabrication additive métallique dans la palette des procédés de mise-en-forme conventionnels déjà existants. Afin d'étudier le potentiel du procédé, l'étude s'est focalisée sur le laminage à froid et le traitement thermique d'ébauches réalisées en fabrication additive métallique.

Le procédé L-PBF et la nuance d'acier inoxydable 316L ont été retenus suite aux travaux d'Aziz Chniouel [5].

Cependant, la nuance constituant les tubes hexagonaux est l'EM10 (cf. **1.1.3**) et les pièces constituantes d'ASTRID sont composées d'une autre nuance plus onéreuse de la famille des 316 à savoir le 316L(N) ayant des spécifications chimiques beaucoup plus strictes comme un taux d'azote plus faible compris entre 600 et 800 ppm ou une teneur en cuivre limitée pour éviter une fragilisation trop importante sous irradiation (cf. **1.3.1.1**). Pour une application directe aux composants d'ASTRID, une étude sur ces matériaux particuliers est à envisager séparément.

1.2. Fabrication additive métallique

1.2.1. Présentation générale

1.2.1.1. Définition et procédé général de la fabrication additive

Contrairement aux méthodes conventionnelles soustractives de mise en forme des matériaux, la fabrication additive (FA), plus communément appelée impression 3D, apporte une nouvelle approche et une nouvelle logique de fabrication. En effet, la FA est une méthode d'élaboration qui consiste à construire des pièces couche par couche par ajouts successifs de matière. La géométrie de la pièce consolidée est déterminée par un fichier numérique, issu généralement d'un logiciel de Conception Assistée par Ordinateur (CAO) [17,18]. Depuis la conception à la fin des années 1980 par une équipe de chercheurs américains de la première machine pouvant être qualifiée de fabrication additive [19], cette technique s'est grandement améliorée en diversifiant les matériaux utilisés (polymères, céramiques ou métaux) et en profitant des avancées majeures dans le domaine de la technologie LASER. À l'heure actuelle, les technologies de fabrication additive sont utilisées dans de nombreux domaines industriels à haute valeur ajoutée (aéronautique, spatial ou automobile en compétition) pour le prototypage, voire même pour la production de série dans certains cas, comme pour le réacteur CFM-LEAP développé par CFM International [17,18,20,21].

Comme mentionné précédemment, les procédés de FA peuvent se décomposer en deux grandes étapes distinctes [17] :

- Une étape de Conception Assistée par Ordinateur (CAO) [22,23] : la pièce, ainsi que son éventuelle position sur un plateau de construction est modélisée sur un logiciel de CAO. Un logiciel propre à l'imprimante 3D, dénommé *Builder*, permet de « découper » couche par couche l'objet modélisé. Les paramètres procédés peuvent être déterminés lors de cette étape. Le fichier obtenu code alors l'impression couche par couche.
- L'étape de construction proprement dite [24] : la pièce est construite par le procédé FA en suivant la stratégie de construction et les paramètres définis dans le fichier.

Après obtention des pièces consolidées, plusieurs post-traitements peuvent être envisagés afin d'améliorer les tolérances dimensionnelles et les propriétés mécaniques des pièces brutes de fabrication [25]. Parmi ces traitements peuvent être mentionnés : le sablage pour l'état de surface, l'usinage pour

l'état de surface et les dimensions, ou encore les procédés conventionnels tels que la déformation à froid ou les traitements thermiques.

1.2.1.2. Intérêts et limites de la fabrication additive

La fabrication additive présente de nombreux intérêts et avantages mais néanmoins certaines limitations, qui rendent cette technologie compétitive dans certains domaines [26].

La FA métallique se présente comme une alternative très intéressante pour la production de composants aux formes complexes et en faible série. Comme le montre les courbes en **Figure 1.5**, la fabrication additive tire son épingle du jeu d'un point de vue économique pour des pièces de petite série, de l'ordre de la dizaine, et complexes.

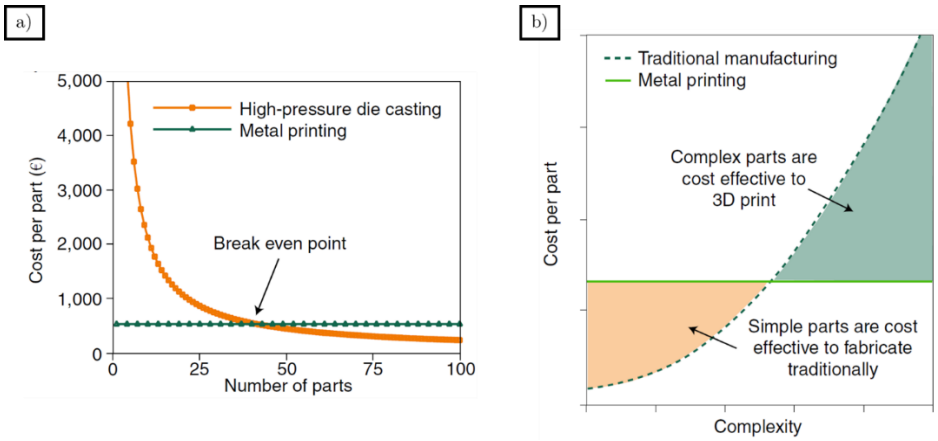


Figure 1.5 - **a)** Coût d'une pièce de train d'atterrissage en alliage AlSi10Mg par L-PBF comparé à celui d'une pièce réalisée par moulage à chaud à haute pression [27].
b) Représentation qualitative de l'évolution du coût par rapport à la complexité de la pièce pour les fabrications additive et traditionnelle [27].

Ces avantages économiques découlent des nouvelles possibilités techniques offertes par les procédés de FA métallique. Cette technologie se révèle être extrêmement flexible car une machine de FA peut produire des pièces très diverses d'un point de vue géométrie et matériau. Ces possibilités permettent de construire des pièces aux géométries complexes en quelques étapes seulement, là où il en faudrait une dizaine pour des procédés conventionnels. La FA réduit par ce biais le temps et le coût de développement entre la phase de design et de construction [28]. En outre, le design des pièces peut alors être optimisé selon les besoins, dans une optique d'amélioration des performances : obtention de pièces à porosité contrôlée pour des filtres [29], réduction de la masse de certaines pièces en prenant en compte les champs de contrainte [30], ou encore amélioration des propriétés d'échange thermique pour des circuits de refroidissement [31,32].

Un autre avantage mentionné est la capacité de produire des pièces en un seul bloc alors qu'un assemblage de plusieurs pièces aurait été nécessaire auparavant, comme cela est le cas pour les circuits hydrauliques de refroidissement [32,33]. Par ailleurs, la FA métallique peut aboutir à l'obtention de propriétés mécaniques et microstructurales originales, qui ne peuvent être obtenues à travers les procédés conventionnels, soit en modifiant les paramètres du procédé [34], soit en modifiant la poudre utilisée [5,35]. Ces spécificités sont détaillées dans ce manuscrit en **1.3** sur la nuance d'acier inoxydable 316L consolidée par Fusion Laser sur Lit de Poudre (L-PBF). Enfin, certains procédés de FA métallique, en particulier le procédé LDMD (Laser Direct Metal Deposition), permettent la réparation de certaines pièces endommagées [26,36].

La FA métallique présente des points d'amélioration nécessaires en vue d'une utilisation plus large [27]. D'un point de vue purement économique, elle reste sur un secteur à très haute valeur ajoutée ou dédiée au prototypage. La production en masse de pièces reste encore le domaine des procédés conventionnels [37]. De plus, il manque un certain recul pour l'instant sur les technologies de FA métallique :

- La qualification et la normalisation des pièces et des procédés sont en cours de formalisation. La qualification des pièces reste encore sur un schéma d'essais, quelque fois sans réelle compréhension du procédé. La définition de standards (ISO ou ASTM) pour certaines pièces FA permet de subvenir à cette limitation [38].
- La gamme de nuances disponibles et utilisées en FA reste plus restreinte que celle utilisée en production conventionnelle, car le lien entre les propriétés des pièces consolidées en FA et celles issues de la production conventionnelle reste flou [39].
- Les matériaux issus de la FA métallique présentent des spécificités mécaniques et microstructurales comme mentionné précédemment. Cependant, la compréhension de l'influence de ces spécificités sur le comportement mécanique n'est pas suffisante dans certains cas pour pouvoir utiliser les matériaux FA dans l'industrie [40].

La FA métallique présente également une problématique de productivité par rapport aux procédés conventionnels, notamment à cause de la consolidation par laser couche par couche [27,41]. Par conséquent, la taille des pièces à produire est à prendre en considération, taille qui est déjà dictée par celle d'une éventuelle chambre de construction. Tout cela dépend bien évidemment du procédé de FA considéré et des paramètres utilisés.

Des étapes de post-traitement, comme l'usinage, la compression isostatique à chaud (CIC) ou encore le traitement thermique, peuvent être coûteuses, bien que réellement nécessaires, selon les applications envisagées et les nuances concernées [18,42]. Par ailleurs, le comportement des matériaux consolidés par FA métallique peut différer par rapport aux nuances conventionnelles correspondantes [42]. Certaines étapes de post-traitement sont néanmoins incontournables dans la grande majorité des cas : le retrait des supports de fabrication indispensables au maintien de la pièce lors de la fabrication, ou le ré-usinage de la pièce pour améliorer son état de surface, rugueux à l'état brut de fabrication, et ses tolérances dimensionnelles [40].

1.2.1.3. Différents procédés de FA métallique

La grande famille de la fabrication additive métallique regroupe différentes technologies reposant sur divers principes de consolidation et matériaux de base. Elles sont définies par la norme ASTM F2792 – 12a [43]. William E. Frazier [1] sépare ces technologies en trois catégories : les systèmes sur lit de poudre, les systèmes avec apport de poudre et les systèmes avec apport par fil. Le **Tableau 1.1** résume certains procédés de FA métallique existants, avec certaines de leurs caractéristiques.

La technologie L-PBF (Fusion Laser sur Lit de Poudre) sera décrite en détail dans une section dédiée (**1.2.2.1**).

Catégorie		Source d'énergie	Exemple de technologie
Fusion sur lit de poudre (Powder Bed Fusion)		Faisceau laser	*L-PBF (Laser – Powder Bed Fusion)*
			DMLS (Direct Metal Laser Sintering)
		Faisceau d'électrons	*EBM (Electron Beam Melting)*
Dépôt de matière sous énergie concentrée (Direct Energy Deposition)	Dépôt de poudre	Faisceau laser	*LDMD (Laser Direct Metal Deposition)*
		Plasma	
		Faisceau d'électrons	*EBM (Electron Beam Melting)*
	Dépôt de fil	Faisceau laser	*LWAM (Laser Wire Additive Manufacturing)*
		Faisceau d'électrons	*EBAM (Electron Beam Additive Manufacturing)*
		Plasma	
		Arc électrique	*WAAM (Wire and Arc Additive Manufacturing)*

Tableau 1.1 - Récapitulatif des principaux procédés de FA métallique disponibles à l'heure actuelle [5].

La **Figure 1.5** présente les schémas génériques de fonctionnement de deux technologies très employées : le LDMD et le LWAM.

Ces deux systèmes de dépôt de matière sous énergie concentrée permettent la construction de pièces plus volumineuses car le dépôt de matière se fait directement sur la zone fondue. Pour les technologies DMD, la poudre est acheminée par une buse au niveau de la zone construite. La source d'énergie fait fondre localement la poudre et construit la pièce par couche. Ces technologies sont intéressantes pour traiter les problématiques de réparation de pièces [1]. Les technologies LWAM et WAAM utilisent du fil comme source de matériau brut, mais le mode de dépôt est similaire aux technologies DMD. Si les éléments fabriqués présentent des défauts de surface et de dimensions plus importants, l'intérêt principal de ces procédés réside dans une vitesse de dépôt élevée [1,44]. Sames et al. [17] résument de manière assez exhaustive les caractéristiques, les avantages et les inconvénients de différentes technologies FA métallique.

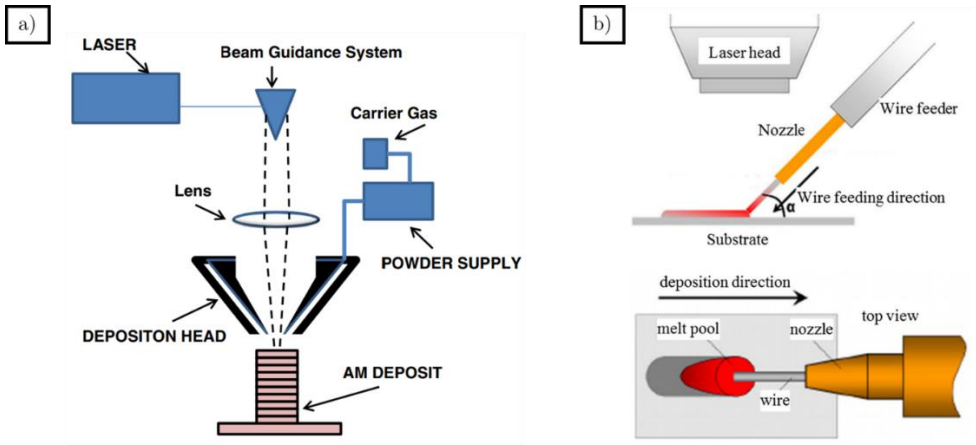


Figure 1.6 - **a)** Schéma de fonctionnement du LDMD (Laser Direct Metal Deposition) [1].
b) Schéma de fonctionnement du LWAM (Laser Wire Additive Manufacturing) [44].

1.2.2. La Fusion Laser sur Lit de Poudre (L-PBF)

1.2.2.1. Description du procédé

Le procédé de Fusion Laser du Lit de Poudre (LPBF) est un des procédés les plus répandus et les plus matures pour l'élaboration de pièces métalliques de divers alliages. Ce procédé est celui utilisé pour consolider les ébauches dans le cadre de cette thèse.

La technique L-PBF commence par la modélisation d'un objet virtuel par CAO (Conception Assistée par Ordinateur). Elle est orientée dans l'espace de construction pour inclure les supports de construction. La pièce est ensuite découpée en couches planes dans lesquelles sont définis les stratégies de balayage et les paramètres machines qui dépendent des caractéristiques de la machine utilisée et de l'alliage consolidé [40]. Le fichier résultant permet alors de commander couche par couche le trajet du laser et ainsi les zones fondues pour construire la pièce finale.

La **Figure 1.7** résume le principe de fonctionnement d'une machine de construction L-PBF. Il consiste à déposer un lit de poudre d'une épaisseur donnée dans la zone de construction. Un plateau initial de construction est nécessaire pour avoir un support mécanique et thermique pour la pièce consolidée [17]. La liaison entre le plateau et la pièce est réalisée par des supports de construction, sorte d'échafaudages, creux en général, qui doivent assurer un pont mécanique et thermique. La source d'énergie, en général un laser de type Ytterbium de longueur d'onde 1064 nm, vient alors faire fondre la poudre localement dans les zones prédéfinies par le programme issu de la CAO. Le substrat descend d'une hauteur équivalente à celle d'une couche et une nouvelle couche de poudre est déposée. Ce cycle est répété jusqu'à obtenir l'objet 3D final. Toute la construction est réalisée sous atmosphère neutre, argon en général mais aussi azote dans certaines études, cette atmosphère jouant un rôle sur les propriétés finales des pièces [45,46]. Cette atmosphère neutre a pour but essentiellement de limiter l'oxydation des pièces pendant la fabrication. À la fin de la construction, la pièce est détachée du plateau de construction. Selon les besoins, des étapes de post-traitement peuvent être nécessaires.

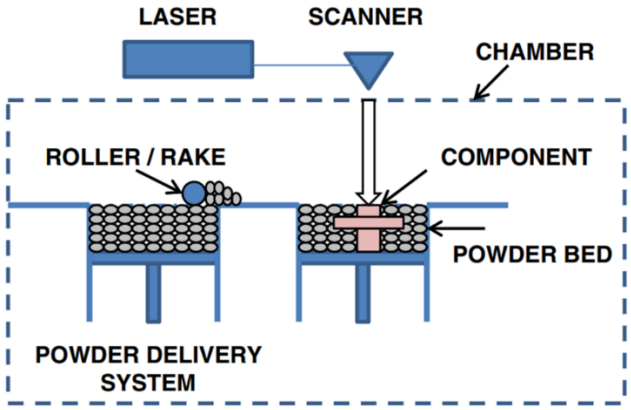


Figure 1.7 - Principe du procédé L-PBF [1].

D'après les revues de DebRoy et al. [40] et de W. Frazier [1], certaines caractéristiques communes peuvent être déterminées pour la technologie L-PBF :

- Puissance du laser : de 10 à 1000 W
- Vitesse de balayage du laser : de 10 à 1000 $mm.s^{-1}$
- Taille maximale de construction : environ 500 x 300 x 300 mm^3
- Précision des dimensions : de 0,04 à 0,2 mm
- Rugosité de surface : de 7 à 20 µm

Il faut par contre garder en tête que ces revues ont été publiées en 2018 pour la plus récente et que le monde de la FA métallique évoluant rapidement, ces caractéristiques sont amenées à évoluer dans le temps. Par exemple, SLM Solutions GmbH compte commercialiser une machine L-PBF dénommée NXG XII 600 possédant 12 lasers de 1000 W chacun [47]. L'entreprise annonce une vitesse de production jusqu'à 20 fois supérieure à une machine « traditionnelle » à un seul faisceau laser et un volume de production maximal pour une pièce avoisinant les 600 x 600 x 600 mm^3. Khorasani et al. [48] résument les différentes améliorations technologiques apportées au process L-PBF en étudiant les caractéristiques des dernières machines de construction.

Dans tous les cas, la technologie L-PBF présente l'avantage d'avoir une précision plus élevée que les autres technologies et de pouvoir produire des pièces creuses.

1.2.2.2. Mécanisme de solidification et formation de défauts

1.2.2.2.1. Bain de fusion et solidification

Le procédé L-PBF repose sur le principe de fusion localisée de la poudre par le faisceau laser suivie d'une solidification rapide de la matière. Les vitesses de montée en température et de solidification sont extrêmement rapides : 10^5 – 10^6 °C/s et jusqu'à 10^6 – 10^8 °C/s respectivement [49,50]. La **Figure 1.8** présente de manière simplifiée la formation d'un bain de fusion, qui se rapproche à la formation d'un bain de fusion en soudage laser.

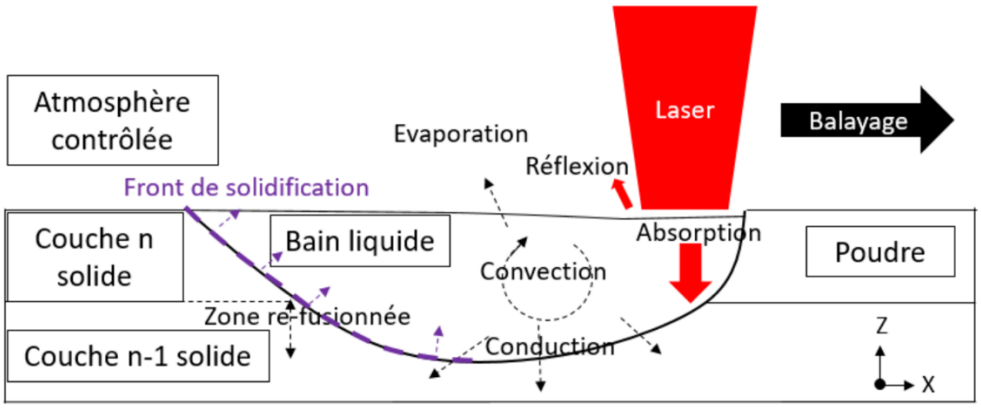


Figure 1.8 - Représentation simplifiée d'un bain de fusion [5].

La poudre est fondue ainsi de manière quasi instantanée lors du passage du laser, de même qu'une partie de la couche précédente pour assurer la continuité de la construction. Outre la nature du matériau consolidé, la forme et la taille du bain de fusion sont déterminées par les paramètres du procédé L-PBF comme la puissance du laser ou la vitesse de balayage [40,51]. Plusieurs phénomènes physiques complexes sont impliqués dans ce processus : absorption et réflexion optique, conduction, convection, effet Marangoni, évaporation de matière [17,40]. La compréhension de ces phénomènes reste en cours et de nombreuses études de simulation de ces bains de fusion sont menées, sur la FA métallique mais aussi sur le soudage [52,53]. La solidification et la morphologie du bain déterminent alors la microstructure obtenue, et aussi les défauts potentiels [54,55]. Les mécanismes de solidification spécifiques à la nuance d'acier inoxydable 316L seront exposés en **1.3.2.2**.

La solidification peut induire alors plusieurs défauts qui peuvent altérer les propriétés microstructurales et mécaniques des pièces consolidées.

1.2.2.2.2. Porosité

La porosité est un défaut commun aux pièces construites par FA métallique qui peut amener à une altération des propriétés mécaniques des matériaux consolidés, notamment en favorisant la propagation des fissures [56,57]. Comme exposé en **1.2.2.3**, l'optimisation des paramètres du procédé a pour but, entre autres, de réduire cette porosité pour atteindre des densités relatives supérieures à 99%. De plus, comme exposé en **1.2.4**, des étapes de post-traitement comme la CIC peuvent réduire la porosité, en induisant toutefois un surcoût [58]. Une élimination totale de la porosité reste néanmoins impossible. L'apparition de porosité peut provenir de différents mécanismes [17,40] :

- Porosités induites par un effet Keyhole : connu en soudage, cet effet apparaît lorsque l'apport d'énergie dans la zone fondue est trop important, soit à cause d'une puissance trop élevée, soit à cause d'une vitesse du laser trop faible. Comme exposé en **Figure 1.9 a)**, un apport énergétique trop élevé peut provoquer une vaporisation excessive du matériau au fond du capillaire. Cette vaporisation va former, après refroidissement, des porosités de forme sphérique.
- Porosités induites par piégeage de gaz : la construction s'effectuant sous atmosphère, le gaz inerte peut alors se faire piéger dans le bain de fusion s'il ne peut se dissoudre dans le métal en fusion (**Figure 1.9 b)**).
- Porosités induites par un manque de fusion : elles sont directement reliées aux paramètres du procédé et à la stratégie de balayage. En effet, la construction est réalisée par couche et par cordon. Il faut de fait un certain recouvrement des cordons et des couches pour assurer la cohésion de la matière. Ce recouvrement est dicté par l'épaisseur de couche, l'espacement entre les cordons (Hatch Distance) et les épaisseur et largeur du bain de fusion. Si l'apport en énergie est trop faible, les dimensions du bain de fusion sont trop faibles pour assurer ce recouvrement. En résultent alors des porosités de formes irrégulières, de tailles sub-micrométriques à millimétriques dans certains cas, qui peuvent encore contenir de la poudre non-fondue. La taille de ces porosités les rend très néfastes pour les propriétés mécaniques, en particulier pour la cohésion inter-couches [57].

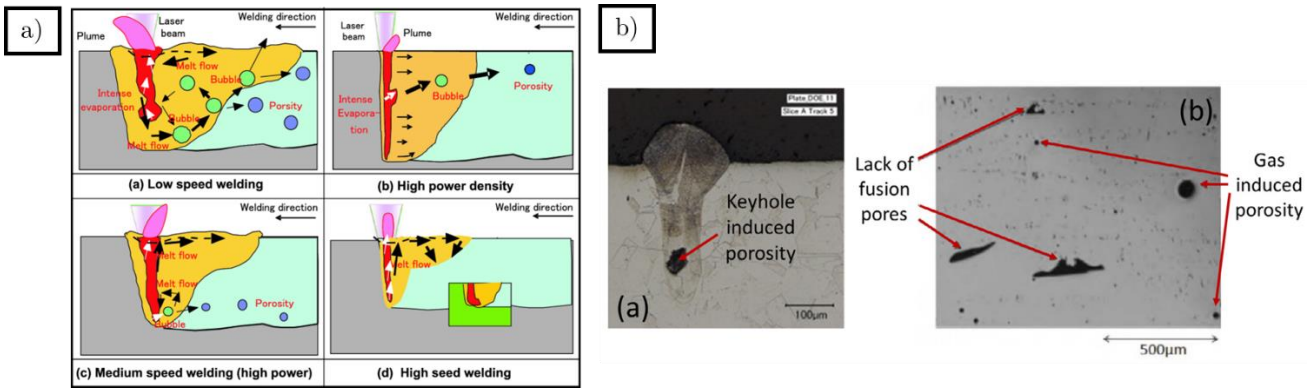


Figure 1.9 - **a)** Comportement du bain de fusion en soudage sous différentes configurations [59].
b) Porosités de type Keyhole / Porosités par manque de fusion ou par inclusion de gaz [40].

La porosité d'une pièce peut être déterminée par différentes méthodes. La méthode d'Archimède (exposée en **2.3.2**) permet d'accéder facilement à la porosité de manière non-destructive [60]. Elle ne permet pas de remonter à la distribution en taille des pores, contrairement à la microscopie optique [61]. Par contre, cette dernière est une méthode destructive qui n'analyse qu'une porosité en

2D et qui se limite à des pores de 100 µm environ. Enfin, une dernière méthode beaucoup plus onéreuse est possible : la tomographie par rayons X [62]. Elle est cependant complète avec une détermination possible de la forme, de la taille et de la distribution des pores d'une pièce, avec des possibilités de mesures in-situ. Elle possède une limitation liée à la transmission des rayons X, la rendant inadaptée à certaines géométries.

1.2.2.2.3. Perte en éléments d'alliages

Les hautes températures atteintes lors du procédé L-PBF peuvent induire une vaporisation de certains éléments, plus volatiles que d'autres. Dans certains cas, la vaporisation est telle que la composition de l'alliage peut varier après consolidation [63]. Cette variation dans la composition chimique du matériau final peut induire des modifications importantes sur la microstructure brute et sur les comportements mécaniques et en corrosion des pièces ainsi consolidées.

1.2.2.2.4. Fissuration, délamination et contraintes résiduelles

Une autre principale source de défaut est la fissuration du matériau. Cette fissuration est grandement due aux nombreux cycles de chauffe intense et de refroidissement rapide induits par le procédé L-PBF. En effet, la contraction d'une couche ayant une température élevée sur une couche à une température plus basse induit de fortes contraintes en traction dans le matériau. Si ces contraintes dépassent la résistance mécanique du matériau, celui-ci se fissure sur les points de fragilité : joints de grains [17] ou porosités [57].

Le terme de « délaminage » est utilisé lorsque la fissure se propage entre deux couches consécutives. Une accumulation de porosités et de poudre non-fondue à l'interface favorise la délamination du matériau. Ce défaut est particulièrement dangereux dans la mesure où il peut s'étendre à la pièce entière comme exposé en **Figure 1.10**. Il ne peut être réparé par quelque procédé post-fabrication. Un préchauffage du substrat permet toutefois d'éviter l'apparition de fissures macroscopiques en limitant l'écart de température entre le substrat et la couche consolidée [64].

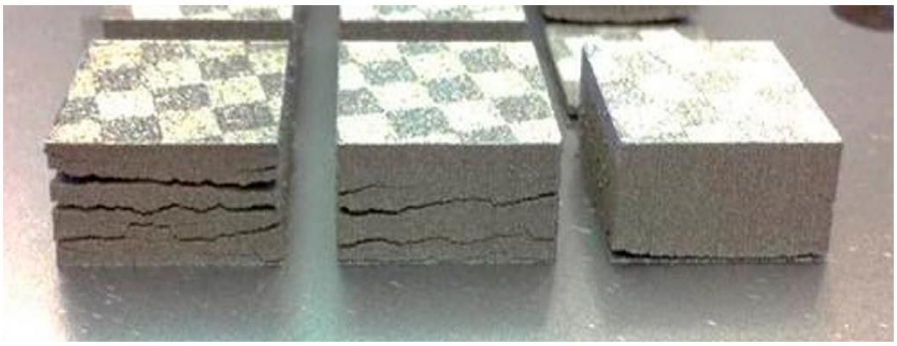


Figure 1.10 - Délamination et fissuration de blocs L-PBF d'acier M2 [64].

Comme mentionné précédemment, les nombreux cycles « chaud/froid » subis par le matériau au cours de la consolidation induisent des contraintes qui peuvent le faire fissurer. Si le matériau ne fissure pas, les contraintes ne sont pas relâchées et restent contenues, d'où le terme de contraintes résiduelles [65]. Elles peuvent être à l'origine d'une forte distorsion de la pièce lors du retrait des supports de construction, voire un arrachement de ceux-ci au refroidissement comme exposé en **Figure 1.11**. D'après DebRoy et al. [40], la présence de contraintes résiduelles tend à détériorer les

performances en fatigue et la résistance à la fracture des pièces consolidées. Le développement des contraintes résiduelles dépend du matériau consolidé [66].

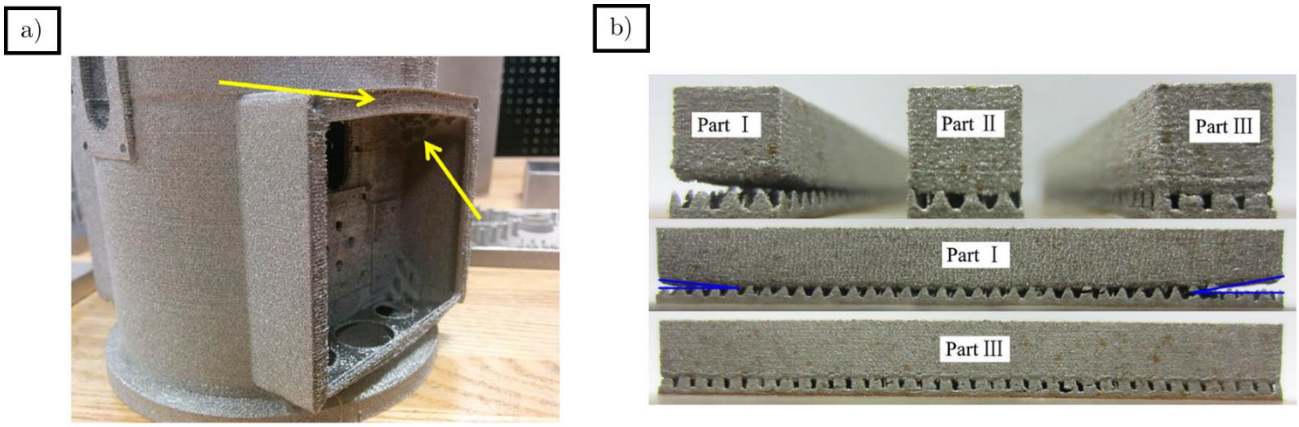


Figure 1.11 - **a)** Pièce en alliage Ti-6Al-4V consolidée par EBM présentant une partie déformée par les contraintes internes après retrait des supports de fabrication [17].
b) Pièces en acier 316L consolidées par L-PBF présentant un décollement des supports de fabrication [67].

Les observations menées par Liu et al. [67] sont concordantes avec l'étude en simulation menée par Chen et al. [68]. Cette étude vise à modéliser la construction L-PBF par un empilement de couches successives avec un maillage 3D par éléments finis. Le champ de contrainte dans la pièce est alors calculé comme présenté en **Figure 1.12**. Il en résulte que les contraintes maximales se trouvent dans les coins, à la jointure entre la pièce et le support, ce qui peut expliquer le décollement des pièces exposé en **Figure 1.11 b)**.

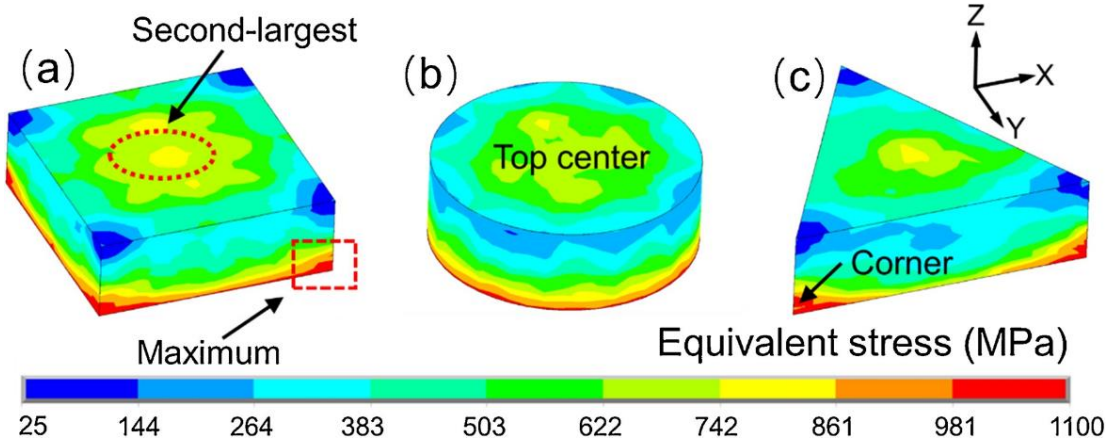


Figure 1.12 - Distribution de contraintes résiduelles dans des pièces de géométries différentes : (a) Pavé, (b) Cylindre, (c) Prisme [68].

Outre le préchauffage du substrat, qui permet de réduire les contraintes résiduelles dans le matériau [69], la stratégie de balayage a un impact sur leur développement au sein du matériau. Une étude menée par Wu et al. [70] sur les contraintes résiduelles développées dans l'acier 316L L-PBF montre que la stratégie de balayage en damier favorise le développement de contraintes internes contrairement à une stratégie sans damier. L'équipe attribue néanmoins cette différence au fait que la pièce réalisée avec une stratégie sans damier présente une porosité plus élevée qui peut alors aider à relâcher ces contraintes et réduire le module d'élasticité de la pièce consolidée. Ali et al. [69] et Magana-

Carranza et al. [66] relèvent pourtant le même phénomène sur d'autres alliages (Ti-6Al-4V, Inconel 625, Inconel 718 et acier maraging) sans relever l'effet de la porosité.

Diverses méthodes peuvent être utilisées pour déterminer les niveaux de contraintes résiduelles :

- Des capteurs de force sous la pièce à construire pour mesurer la force développée à l'échelle macroscopique [66].
- Par diffraction X ou neutronique [70].
- Des jauges de déformation autour d'un trou percé dans le matériau, la déformation résultant du perçage étant reliée à l'état de contrainte initial [69,71].

Bien évidemment, d'autres défauts peuvent intervenir au cours de la fabrication et venir altérer les propriétés de la pièce finale [17,40]. Peuvent être cités les problématiques de stabilité de cordon selon la vitesse de balayage qui peuvent aboutir à une surface consolidée non-plane couverte de « bosses » sphériques ('Balling effect' [72]) ou les défauts de l'état de surface de la pièce, qui peuvent être induits par une épaisseur de couche trop importante ou le dépôt de poudre non-fondue sur les surfaces latérales de la pièce [73,74].

1.2.2.3. Paramètres du procédé et optimisation

1.2.2.3.1. Paramètres procédé ayant une influence sur les propriétés finales

L'influence des paramètres du procédé L-PBF sur les propriétés microstructurales et mécaniques de la pièce finale est un sujet d'étude permanent [4,75,76]. Certains paramètres ont plus d'influence que d'autres ; certains peuvent être modifiés alors que d'autres sont inhérents à la machine de fabrication elle-même comme exposé en **Tableau 1.2** [5,77].

Composant	Fixés par la technologie ou la machine	Modifiables
Laser	• Diamètre du faisceau laser • Profil du faisceau laser • Longueur d'onde	• Puissance • Distance inter-cordon (HD) • Vitesse de balayage • Stratégie de balayage
Couche	• Densité du lit de poudre* • Dynamique du bain de fusion* • Interaction laser / poudre*	• Épaisseur de la couche déposée • Qualité de mise en couche • Quantité de poudre utilisée par couche
Environnement de dépôt	• Type de gaz neutre utilisé • Taille du plateau de construction	• Préchauffage du plateau de construction • Position de la pièce • Teneur en oxygène dans la chambre

** : Propriétés essentiellement fixées par les propriétés de la poudre utilisée (**1.2.3**).*

Tableau 1.2 - Différents paramètres et propriétés procédés principaux pour la technologie L-PBF.

Les interactions entre l'ensemble de ces paramètres influencent la microstructure finale de la pièce consolidée. Cette microstructure peut présenter des originalités pouvant aboutir à des propriétés intéressantes en mécanique, en corrosion ou encore en irradiation [78–80]. D'autres éléments peuvent

influencer les propriétés finales : les caractéristiques de la poudre métallique initialement utilisée (**1.2.3**) ou les post-traitements effectués (**1.2.4**).

Sur l'ensemble des paramètres exposés en **Tableau 1.2**, certains sont déterminés en général lors de l'étape de CAO (cf. **1.2.2.1** et **2.1.1.3**) comme la puissance laser ou la stratégie de balayage. D'autres peuvent être fixés sur la console de la machine d'impression comme la teneur en oxygène de la chambre ou la quantité de poudre utilisée par mise en couche. Cela dépend toujours des machines utilisées.

1.2.2.3.2. Optimisation des paramètres procédés

L'optimisation de ces paramètres procédés est primordiale pour l'obtention de pièces présentant les performances requises. Plusieurs critères sont visés lors de cette étape d'optimisation, en premier lieu desquels se trouve en général la densité relative de la pièce. En effet, le critère n°1 pour considérer un jeu de paramètres comme convenable est que la pièce obtenue ait une densité relative d'au moins 99%. Parmi les autres critères peuvent être nommés les propriétés mécaniques de la pièce finale, le degré d'anisotropie de la microstructure, ou encore la rapidité de construction d'une pièce. Par exemple si le temps de construction est un critère important, une augmentation de l'épaisseur de couche déposée peut amener à une diminution du temps de construction, sous réserve des capacités de la machine bien évidemment. En règle générale, l'optimisation de ces paramètres se fait de manière assez empirique par des essais paramétriques [5,76]. Elle n'est valable que pour la nuance visée par cette optimisation. Par conséquent, l'influence des paramètres procédé sur la microstructure obtenue n'est détaillée que pour la nuance utilisée lors de cette thèse, l'acier inoxydable 316L, en **1.3.2.2.5**.

Dans un souci de rationalisation, plusieurs paramètres ont été jugés comme ceux ayant le plus d'impact sur les propriétés finales [81] : la stratégie de balayage, la puissance du laser, la distance inter-cordons *HD*, la vitesse de balayage et l'épaisseur de couche déposée. Malgré la dépendance de l'optimisation à la machine et au matériau utilisé, une grandeur est souvent utilisée pour dresser des comparaisons entre jeux de paramètres : la densité volumique d'énergie E_v, dont l'expression est définie ci-dessous [82,83] :

$$E_v = \frac{P_{laser}}{e_{couche} \times v_{balayage} \times HD} \qquad (1)$$

Où : E_v *: densité volumique d'énergie en J.mm*$^{-3}$*.*
P_{laser} *: puissance du laser en W.*
e_{couche} *: épaisseur de la couche de poudre déposée en mm.*
$v_{balayage}$ *: vitesse de balayage du laser en mm.s*$^{-1}$*.*
HD : distance inter-cordons (Hatch Distance) en mm.

Cette grandeur prend en compte quatre des cinq principaux paramètres du procédé L-PBF et les optimisations de paramètres s'articulent beaucoup autour de cette grandeur [4]. Elle ne semble pourtant pas totalement exhaustive et représentative car Aziz Chniouel a montré dans sa thèse que le HD n'a que peu d'impact sur la densité des pièces élaborées en L-PBF 316L alors qu'il a un impact sur la valeur de E_v [5]. Par ailleurs, la stratégie de balayage n'est pas prise en compte dans cette grandeur alors qu'elle a un impact certain sur la microstructure comme cela a été montré précédemment concernant les contraintes résiduelles en **1.2.2.2.4**. En effet, un changement de stratégie de balayage peut modifier les cinétiques de refroidissement et les distributions de défauts au sein du

matériau consolidé [84]. Enfin, comme la densité volumique d'énergie est une grandeur essentiellement thermodynamique, elle ne permet pas de rendre compte des phénomènes physiques complexes survenant dans le cordon, et donc de la forme finale de celui-ci [85].

1.2.3. La poudre métallique

Elle reste la matière première de la consolidation par le procédé L-PBF. Elle a une influence importante sur les propriétés finales de la pièce par ses propriétés morphologiques, chimiques ou encore granulométriques [5,86].

1.2.3.1. Caractéristiques nécessaires pour l'utilisation par le procédé L-PBF.

1.2.3.1.1. Morphologie de la poudre, granulométrie et densité du lit de poudre

La morphologie et la taille de la poudre affectent la densité apparente du lit de poudre et les propriétés d'écoulement de celle-ci [87]. Pour une application L-PBF, la poudre utilisée doit présenter de bonnes propriétés de coulabilité et former un lit de densité apparente élevée. Pour satisfaire ces conditions, les poudres de morphologie sphérique sont fortement privilégiées pour une utilisation en FA métallique car cette morphologie présente les meilleures densité apparente et coulabilité (**Figure 1.13**).

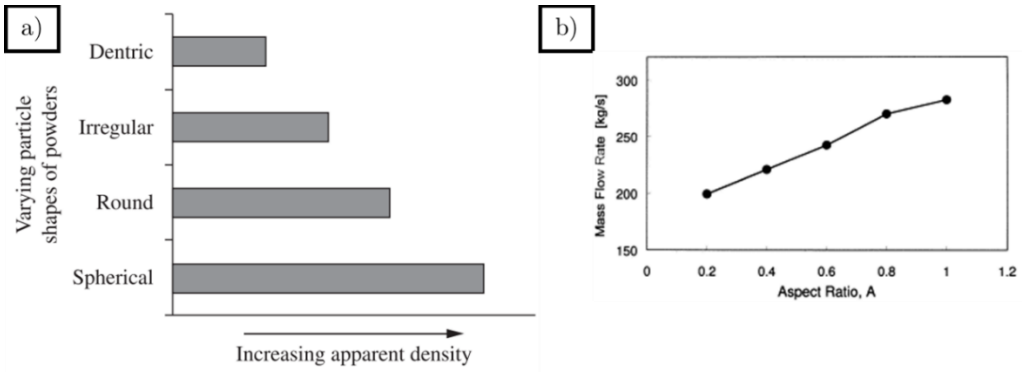


Figure 1.13 - **a)** Effet de la morphologie de poudre sur la densité apparente [88].
b) Effet du rapport d'aspect de particules ellipsoïdales sur la coulabilité [89].

Par voie de conséquence, la présence de particules satellites en surface des poudres est à proscrire le plus possible. Ces satellites sont formés lors du processus d'élaboration de la poudre lorsque de petites particules adhèrent par collision à la surface d'un grain de poudre [90].

La granulométrie est quant à elle un paramètre souvent mesuré pour une poudre donnée avant son utilisation. Elle peut évoluer de manière relativement importante au cours de l'utilisation de la poudre, en particulier lors des phases de stockage de longue durée ou lors des phases de recyclage [91]. Une granulométrie défectueuse peut aboutir à une coulabilité et une densité du lit de poudre incompatibles pour une utilisation en FA. Pour ce faire, la grande majorité des poudres commercialisées présente une distribution de tailles de particules gaussienne [87]. Trois grandeurs sont déduites de cette distribution : D_{10}, D_{50} et D_{90} qui sont des tailles caractéristiques indiquant que 10%, 50% ou 90% des particules sont respectivement plus petites. Cependant, l'ajout de poudre ou le

tamisage peuvent perturber cette distribution, voire même la rendre bimodale. Certaines études ont déterminé des conditions de granulométrie pour une application L-PBF, notamment que le D_{90} soit faible devant l'épaisseur de couche [92].

La coulabilité agit essentiellement sur la capacité de la poudre à s'étaler en couches homogènes. Une coulabilité insuffisante peut alors générer des hétérogénéités dans le lit de poudre qui peuvent affecter les propriétés thermiques et optiques de celui-ci [93]. Le seuil de coulabilité acceptable est bien évidemment influencé par le moyen d'étalement de la poudre. L'humidité de la poudre est préjudiciable car elle augmente les forces inter-particulaires [94]. De même, la présence de particules fines, d'une taille inférieure à 20 µm, entraîne la formation d'agglomérats et dégrade ainsi la coulabilité d'une poudre.

Enfin la densité du lit de poudre, qui est en général entre 40 et 60% plus faible que la densité du matériau massif, a une influence sur la densité finale de la pièce consolidée, comme exposé en **Figure 1.14 a)**. En fait, la consolidation de la pièce induit le passage d'un état de faible densité à un état ayant une densité relative proche de 100% dans l'idéal. Une faible densité de lit de poudre provoque alors une augmentation du saut de densité à effectuer pour atteindre la densité finale.

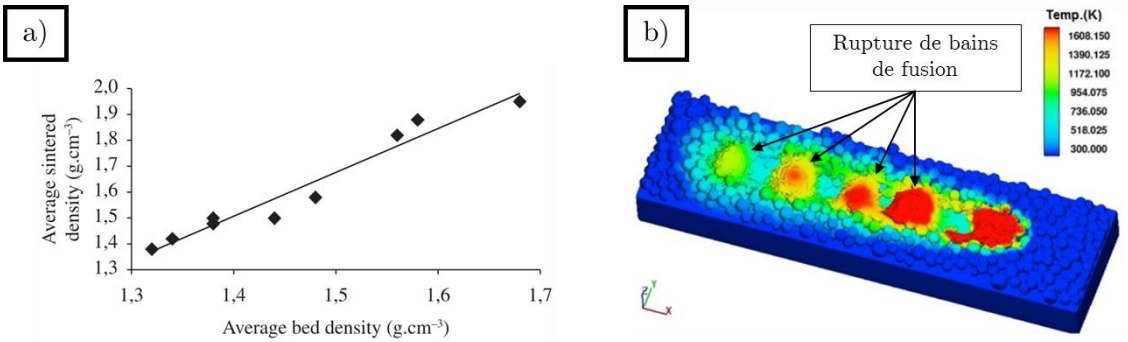


Figure 1.14 - a) Corrélation entre la densité moyenne après frittage et la densité du lit de poudre [88]. **b)** Simulation 3D d'un bain de fusion sur un lit de poudre ayant une densité de 38% [95].

De plus, comme indiqué en **Figure 1.14 b)**, une densité de poudre trop faible peut avoir pour effet de modifier la thermique au cours du passage du laser, ce qui peut causer des ruptures de continuité dans le bain de fusion au cours de la consolidation.

1.2.3.1.2. Chimie de surface des poudres

La contamination des poudres est une problématique importante, en particulier pour des poudres très réactives comme les alliages de magnésium ou d'aluminium [96]. Des réactions d'oxydation en surface des poudres peuvent alors causer des instabilités de bains. Une autre cause de contamination est l'adsorption de l'humidité en surface des poudres qui modifie la coulabilité de la poudre en formant des agrégats [97], mais qui peut également conduire à la formation d'oxydes à l'issue de la phase de consolidation. Une humidité excessive de la poudre peut alors induire une dégradation des propriétés mécaniques, voire une augmentation de la porosité des pièces [98]. Le recyclage des poudres entraîne en règle générale une modification des propriétés chimiques des poudres [91] ; ce point sera discuté plus en détail en **1.2.3.3**.

1.2.3.2. Procédés d'élaboration des poudres et FA métallique

La qualité de la poudre initiale dépendant des procédés d'obtention, il est important de résumer les différentes manières d'élaborer celle-ci.

À l'heure actuelle, quatre procédés sont utilisés industriellement :

- Atomisation par procédé PREP® (Plasma Rotating Electrode Process) : cette méthode consiste en la fusion de l'extrémité d'une barre métallique d'axe horizontal qui tourne à grande vitesse par un arc plasma d'hélium [99]. Le métal en fusion est éjecté en fines gouttes qui sont collectées. Les poudres issues de ce procédé sont sphériques sans présence de satellites comme exposé en **Figure 1.15 a)**. La distribution de taille de particule est en générale centrée autour de 90-100 µm, ce qui rend les poudres produites par PREP® inadaptées à un usage par L-PBF. Par ailleurs, les coût et volume de production limitent son utilisation.
- Atomisation centrifuge RA (Rotary Atomisation) : le métal en fusion est coulé sur un disque tournant. Le métal est ainsi décomposé en fines gouttelettes par la force centrifuge et récupéré sous forme de poudre après solidification [100]. Si la poudre obtenue ne présente pas de satellites, sa morphologie n'est pas sphérique, ce qui peut altérer sa coulabilité (cf. **Figure 1.15 b)**). Ce procédé est peu utilisé pour la production de poudre à application L-PBF.
- Atomisation par gaz GA (Gas Atomisation) : ici le métal en fusion est atomisé par un flux à haute pression d'argon ou d'azote. Les particules obtenues sont sphériques mais présentent de nombreux satellites comme exposé en **Figure 1.15 c)** et **d)**. Par ailleurs, les poudres atomisées par gaz peuvent contenir des bulles de gaz, ce qui peut aboutir à la consolidation de pièces ayant une porosité élevée [101].
- Atomisation par eau WA (Water Atomisation) : un jet d'eau sous haute pression est utilisé pour atomiser et solidifier les gouttes d'alliage en fusion. Comme le montre la **Figure 1.15 e)**, la poudre obtenue contient des particules de formes très irrégulières, ce qui rend sa coulabilité très faible et sa mise en couche difficile. Une utilisation de ces poudres en procédé L-PBF reste malgré cela possible avec des paramètres machines adaptés, sous réserve que leur haute teneur en oxyde n'altère pas les propriétés des pièces consolidées, en particulier par rapport aux alliages réactifs [87].

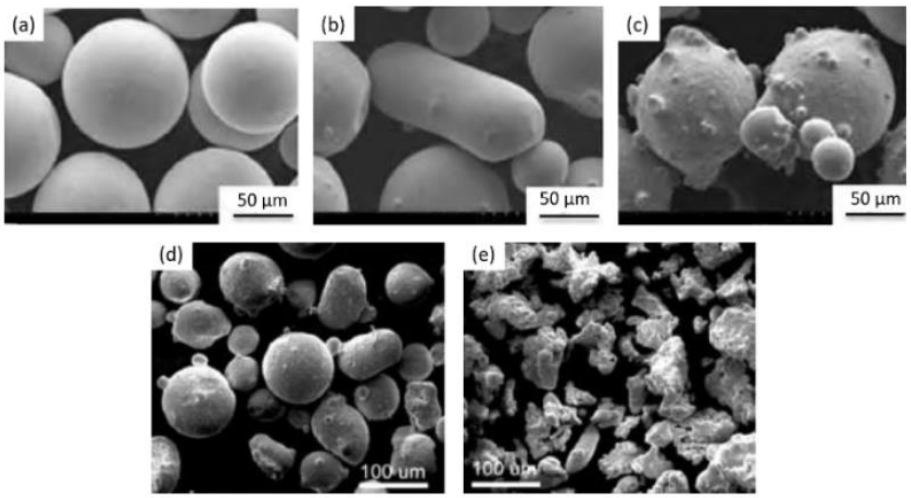


Figure 1.15 - Images MEB de poudres d'alliage préparées par PREP® (a), RA (b) et GA (c). Comparaison de la morphologie de poudre fabriquée par GA (d) et WA (e) [40].

La grande majorité des poudres utilisées en FA métallique est atomisée par gaz car elles présentent des propriétés adéquates en termes de coulabilité et de pureté chimique. Parmi les procédés mentionnés, les procédés mettant en œuvre une atomisation par plasma produisent des poudres encore plus sphériques et pures chimiquement que le procédé GA. Cependant, leur complexité et leur coût rédhibitoires de production limitent leur application à des alliages de haute valeur. De plus, mise à part le fait que les poudres GA peuvent contenir du gaz d'atomisation, les propriétés mécaniques sont en général inchangées entre les utilisations de poudres atomisées par gaz ou par plasma [86].

1.2.3.3. Recyclage de la poudre métallique

La problématique du recyclage de la poudre est incontournable pour la viabilité économique du procédé L-PBF [102]. La poudre réutilisée peut présenter des différences par rapport à la poudre initiale :

- Décalage de la distribution de taille de particules vers des diamètres plus importants [90].
- Augmentation de la fraction de particules de formes irrégulières [103].
- Modification de la composition chimique et phasique des particules [103].

Plus particulièrement dans le cas de la nuance 316L, une variation de la quantité d'oxygène a été mentionnée [91]. Par ailleurs, plusieurs auteurs mentionnent la présence d'oxydes de silicium et de manganèse en surface des projections issues du passage du laser [96,103,104]. Heiden et al [103] ont observé une augmentation de la fraction volumique de ferrite δ de 0-0,5% à 6-7% entre une poudre 316L neuve et utilisée trente fois.

L'influence de ces recyclages sur les propriétés mécaniques reste limitée avec des changements mineurs voire inexistants de limite d'élasticité $R_{p0,2}$ et de résistance à la traction [91]. Seule la densité des pièces obtenues semble pâtir d'un recyclage excessif.

Par conséquent, le tamisage des poudres est primordial pour une réutilisation des poudres dans de bonnes conditions. Il permet d'éliminer les projections de taille trop importante qui contiennent par ailleurs beaucoup d'oxygène (1800 ppm massique d'après Delacroix et al. [91]).

1.2.4. Post-traitements et procédés de construction hybrides

La FA métallique permet de construire des pièces en une seule étape, là où des procédés conventionnels en nécessiteraient plusieurs. Des étapes de post-traitement peuvent cependant être intéressantes afin d'améliorer les propriétés des pièces consolidées et de compenser en partie les défauts exposés en **1.2.2.2**. Par ailleurs, les avancées technologiques permettent dorénavant d'intégrer des étapes de procédés conventionnels au cours de la consolidation en FA métallique.

Les effets microstructuraux et mécaniques spécifiques au 316L L-PBF seront exposés et discutés en **1.4**.

1.2.4.1. Retrait des supports et rectification

La pièce consolidée par L-PBF est toujours reliée au plateau par des supports de construction à la fin de la construction. Une étape de rectification peut être nécessaire pour les enlever et nettoyer la pièce finale de la poudre coincée à l'intérieur. Cette étape peut également faire office de surfaçage afin d'obtenir une surface lisse compatible à une utilisation industrielle. Elle est généralement effectuée à l'aide d'une fraiseuse ou d'un polissage chimique dans certains cas [17]. Enfin, ce processus de

rectification est souvent utilisé pour affiner les dimensions de la pièce afin qu'elle puisse correspondre aux tolérances de cotes.

Ces étapes d'usinage sont incontournables entre l'état brut de fabrication et un état d'utilisation réel.

1.2.4.2. Traitements thermiques (TTH)

Une fois les supports retirés, les pièces peuvent subir des étapes de traitements thermiques (TTH). Comme la Compression Isostatique à Chaud (CIC) qui est exposée en **1.2.4.3**, les TTH ont essentiellement pour but de diminuer les contraintes résiduelles, réduire la porosité et améliorer les propriétés mécaniques des pièces consolidées. Ils permettent aussi de modifier les propriétés microstructurales comme la taille de grains ou l'homogénéité chimique si besoin est [105]. Deux types de TTH sont envisageables en général pour les pièces issues de la FA métallique :

- Détensionnement : ce traitement permet de relâcher les contraintes résiduelles au sein du matériau. S'il doit être d'une durée et d'une température suffisante pour rendre les mobilités atomiques possibles, elles doivent être limitées pour ne pas déclencher une recristallisation ou une croissance de grain non voulue.
- Recristallisation (RX) : ce traitement a une durée et une température suffisantes pour modifier complètement la microstructure d'origine. Il est extrêmement utilisé pour obtenir des microstructures équiaxes sans écrouissage en métallurgie classique. Plusieurs études ont suggéré que la force motrice des mécanismes de recristallisation au sein des matériaux consolidés en DED ou L-PBF est la présence de contraintes résiduelles [106,107].

1.2.4.3. Compression Isostatique à Chaud (CIC ou HIP)

Le procédé de Compression Isostatique à Chaud (CIC ou HIP en anglais) est un procédé utilisé en métallurgie des poudres afin de densifier les matériaux [25]. Il combine l'utilisation d'une haute température, entre 1000 et 2000°C, et d'une haute pression induite par un gaz inerte, qui peut aller jusqu'à 200 MPa. Le principal intérêt de la CIC réside dans sa capacité à éliminer, ou du moins réduire, les défauts et la porosité des pièces produites par FA métallique [108]. Aziz CHNIOUEL note que la CIC ne permet pas de clore les porosités fermées contenant du gaz insoluble dans la matrice [5]. Ce procédé permet de modifier, améliorer ou détériorer, les propriétés mécaniques en résistance à la fatigue et en ténacité entre autres [108–110]. Par exemple, la réduction de la porosité et de la fraction d'infondus peut entraîner une meilleure résistance à la fissuration en limitant le nombre de sites d'amorçage de fissures [111]. Enfin, la CIC peut être utilisée dans la même optique que les TTH classiques dans la mesure où elle peut aboutir à une modification des microstructures (phase et morphologie de grains) et une homogénéisation des éléments chimiques [25].

1.2.4.4. Méthodes de mise-en-forme

Une autre famille de procédés post-fabrication est l'ensemble des méthodes de mise en forme à chaud ou à froid comme le forgeage ou la compression.

Tout d'abord, l'effet du forgeage à chaud a récemment été étudié dans trois études menées par une équipe de chercheurs de l'Imperial College [112–114]. Elles montrent que le forgeage à chaud permet de réduire drastiquement la porosité des préformes 316L L-PBF comme exposé en **Figure 1.16**.

En particulier, ils mentionnent la recristallisation des grains et la fermeture des porosités comme la cause principale d'une augmentation significative de l'allongement et de la résistance à la

rupture. Enfin, le forgeage à chaud aboutit à un affinement de grain conséquent qui peut atteindre 80% dans le cas d'un acier 316L L-PBF forgé à 30% de déformation sous 1040°C.

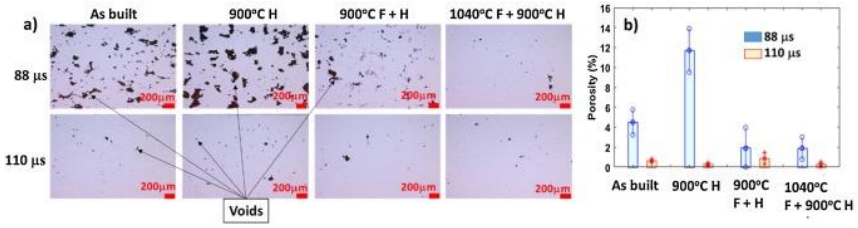


Figure 1.16 - Variations de la porosité en fonction des divers post-traitements imposés (H = Traitement thermique / F = Forgé) pour deux niveaux de porosité initiaux [114].

Ensuite, les études de la compression à chaud d'ébauches en Ti-6Al-4V (TA6V) consolidées par L-PBF montrent également une porosité relative diminuée, mais aussi des modifications de microstructures selon les paramètres procédés [115–117]. Les propriétés finales sont alors similaires aux propriétés du TA6V issu des procédés de forgeage conventionnels. Bambach et al. [117] mentionnent la possibilité de consolider des préformes en TA6V par FA métallique puis d'appliquer une étape de déformation à chaud pour obtenir les propriétés voulues, l'intérêt étant de limiter le nombre d'étapes de mise en forme pour une même pièce. Cette étude semble donc confirmer l'intérêt d'un point de vue procédé d'étudier les propriétés de mise-en-forme d'ébauches réalisées par FA métallique.

Enfin, une dernière étude a été menée par la même équipe sur la compression à chaud d'ébauches en Inconel 718 consolidées par DMD [118]. Les observations sont alors similaires à celles exposées précédemment à savoir : un affinement de grains après déformation à chaud et des propriétés en traction, $R_{p0,2}$ et R_m, similaires à l'Inconel 718 conventionnel. En revanche, un TTH préliminaire est nécessaire pour éliminer les dendrites de solidification et les phases précipitées de Lave.

En conclusion, plusieurs procédés de déformation à chaud conventionnels ont été étudiés, mais aucun ne porte sur de la déformation à froid post-fabrication.

1.2.4.5. Méthodes hybrides de fabrication

Une équipe de l'Université de Cranfield (GB) a créé une machine combinant WAAM et laminage à froid [119–121]. Elle permet de faire passer un galet d'écrouissage après une couche consolidée pour induire une légère déformation comme schématisé en **Figure 1.17**. Ainsi la déformation appliquée ne concerne que quelques couches.

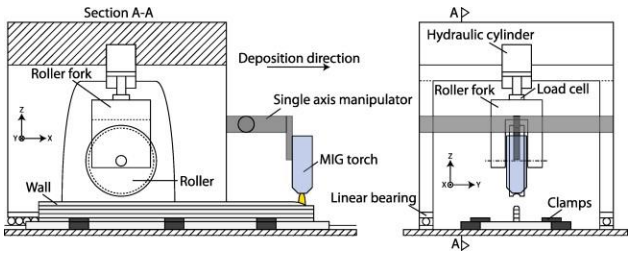


Figure 1.17 - Schéma de l'équipement présenté en [119].

Les propriétés du mur de matière consolidé par WAAM, en TA6V dans le cadre de ces études, peuvent alors être modifiées localement par l'intermédiaire du passage du galet. En effet, un affinement de grain a été localement observé dans les zones ayant subi une légère déformation [119]. Par ailleurs,

un passage de galet après la consolidation de la couche *n* induit une baisse des contraintes résiduelles longitudinales après consolidation de la couche *n+1* [121].

Par conséquent cette méthode permet de modifier très localement les propriétés microstructurales et mécaniques de pièces métalliques. Il serait même possible par ce biais de créer par exemple une zone ayant des propriétés différentes à cœur de pièce. Par contre, cette méthode de production n'est applicable qu'au WAAM, et éventuellement au DED, mais inapplicable au procédé L-PBF.

1.3. L'acier austénitique inoxydable 316L

Cette partie se concentre sur les propriétés microstructurales et mécaniques de la nuance 316L, issue d'une consolidation par le procédé L-PBF, mais aussi élaborée par la voie conventionnelle.

1.3.1. Généralités

1.3.1.1. Caractéristiques chimiques

L'acier austénitique inoxydable 316 est un alliage base fer composé majoritairement de chrome et de nickel et de structure de type Cubique à Faces Centrées (CFC). La stabilité de sa phase austénitique γ à température ambiante est principalement due à la présence importante de nickel, élément γ-gène qui a un effet stabilisateur. La lettre « L » pour l'acier 316L est l'acronyme pour « Low Carbon » car cette nuance possède une teneur en carbone inférieure à 300 ppm. La composition chimique de ces nuances est régie par des normes qui peuvent différer d'un pays à un autre ou d'une application à une autre comme exposé en **Tableau 1.3**. Les nuances développées pour les réacteurs GenIV sont soumises aux spécifications du code nucléaire RCC-MRx.

	Pourcentage massique (%)						Ppm massique (ppm)			
Éléments	**Cr**	**Ni**	**Mn**	**Mo**	**Si**	**Cu**	**N**	**C**	**P**	**S**
Nuance 316 *EN 10088-2*	16,5 – 18,5	10 – 13	< 2	2,0 – 2,5	< 1	--	< 1100	< 700	< 450	< 150
Nuance 316L *ASTM A240*	16 – 18	10 – 14	< 2	2 – 3	< 0,75	--	< 1000	< 300	< 450	< 300
Nuance 316L *RCC-MRx*	16,5 – 18,5	10 – 13	< 2	2,0 – 2,5	< 1	< 1	< 1100	< 300	< 300	< 150

Tableau 1.3 - Composition chimique en taux massiques des nuances 316 et 316L.

Comme indiqué en **1.1.4**, cette thèse se concentre sur la nuance 316L. Sa teneur faible en carbone permet de réduire de manière significative la formation de carbures de chrome qui conduit à un appauvrissement des joints de grains en chrome. Puisque la teneur en chrome supérieure à 16% contribue à la très bonne résistance à la corrosion par la formation d'une couche protectrice d'oxyde Cr_2O_3 [122,123], l'inhibition de la formation de carbures de chrome confère au 316L une meilleure résistance à la corrosion inter-granulaire.

Dans le cas d'un acier 316L conventionnel, les teneurs en éléments chimiques sont contrôlées dans la coulée du matériau. En revanche, dans le cas d'un acier 316L consolidé par FA, le contrôle des teneurs doit être réalisé deux fois : une fois sur la poudre initiale et une fois sur le matériau consolidé. Cette problématique de qualification des nuances en FA métallique est essentiellement due à la jeunesse de la technologie et au manque de recul vis-à-vis de la compréhension de l'évolution des matériaux en FA (cf. **1.2.1.2**). Cependant, des études sont en cours pour fixer certaines normes et moyens de qualification de pièces issues de FA métallique, comme les projets NUCOBAM (NUclear Components Based on Additive Manufacturing) [124] et ARQANE (Actions de Réalisation et de Qualification en Additif pour le NucléairE).

Malgré tout, de manière générale, la consolidation par le procédé L-PBF de poudres de nuance 316L ou de nuance duplex SAF2507 n'entraîne pas de modification significative des propriétés chimiques [125,126]. Néanmoins, l'exposition d'une poudre à des températures pouvant dépasser 3000°C au cours du procédé L-PBF peut entraîner une perte en éléments d'alliage à faible température d'évaporation : oxygène, azote, manganèse ou nickel [5,127].

1.3.1.2. Domaines d'application

L'acier 316L est, comme indiqué précédemment, un acier inoxydable possédant une très bonne résistance à la corrosion. Ces propriétés en font une des nuances d'acier austénitique les plus utilisées avec le 304L, et ce dans des domaines aussi variés que l'industrie chimique, pétrochimique, pharmaceutique ou encore agroalimentaire [128,129].

Dans le domaine du nucléaire, l'acier 316L est la nuance constitutive des composants des structures internes inférieures des réacteurs à eau sous pression (REP) de deuxième et troisième génération, comme les circuits de refroidissement.

1.3.2. Propriétés microstructurales brutes de fabrication

Les propriétés microstructurales entre la nuance 316L conventionnelle et la nuance 316L consolidée par L-PBF sont très différentes.

1.3.2.1. Acier 316L conventionnel

La microstructure finale des aciers 316L à l'état de livraison est due aux derniers traitements, à savoir une étape de laminage à chaud suivie d'une hypertrempe à l'eau ou à l'air à partir d'une température de maintien comprise entre 1050 et 1150°C [130]. Ces traitements finaux ont pour but de fournir au client un acier contenant une phase austénitique homogène à température ambiante où tous les éléments se trouvent en solution solide [131].

Cette homogénéisation est particulièrement importante pour le carbone car il peut précipiter sous forme de carbures ou de carbonitrures de chrome inter-granulaires de type M_7C_3 ou $M_{23}C_6$, ce qui peut provoquer une altération des propriétés en corrosion de l'alliage. La température de maintien est alors fixée pour dissoudre ces carbures ; la trempe permet par la suite de figer la microstructure et ainsi d'éviter une précipitation.

Elle agit également sur la taille moyenne de grains. La microstructure ainsi obtenue est équiaxe avec une taille moyenne de grains de l'ordre de 30 µm, sans texture cristallographique (**Figure 1.18**), la texture représentant la distribution des orientations cristallines des grains présents sur la cartographie.

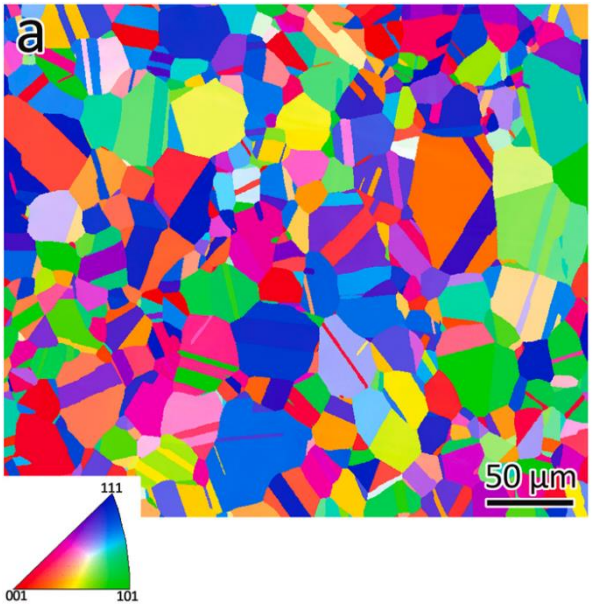


Figure 1.18 - Cartographie EBSD d'un acier 316L élaboré par voie conventionnelle [132].

1.3.2.2. Acier 316L consolidé par L-PBF

L'acier 316L élaboré par le procédé L-PBF présente une microstructure totalement austénitique. La consolidation de la poudre par ce procédé engendre une organisation différente de l'acier 316L élaboré par voie conventionnelle.

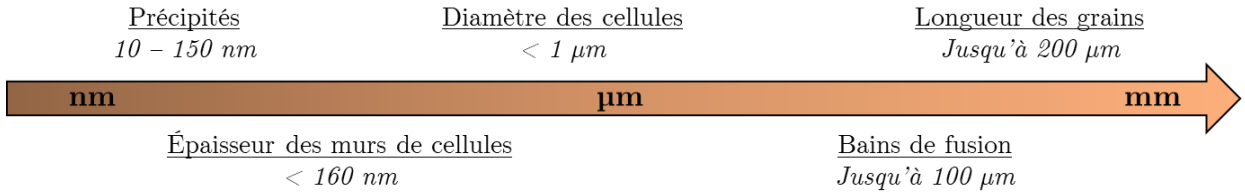


Figure 1.19 - Échelles caractéristiques des différents éléments constitutifs de l'acier 316L L-PBF [133].

Comme indiqué en **Figure 1.19**, différentes structures composent une microstructure d'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF :

- Les grains, détaillés dans le cas général en **1.3.2.2.2**.
- Les bains de fusion, exposés en **1.3.2.2.1**.
- Les cellules de solidification et de dislocations en **1.3.2.2.3**.
- Les précipités, décrits en **1.3.2.2.4**.

Les influences des paramètres du procédé L-PBF et de la poudre 316L utilisés sont exposées et résumées respectivement en **1.3.2.2.5** et **1.3.2.2.6**. Enfin deux plans d'observation sont fréquemment utilisés : le long de la direction de construction et orthogonal à cette direction.

1.3.2.2.1. Les bains de fusion

Les bains de fusion sont un signe direct de la consolidation par couche. En effet, ils marquent les limites des zones fondues par les multiples passages du laser (cf **Figure 1.20**). Un bain de fusion possède plusieurs zones qui sont décrites par Casati et al. [134] : le bain de fusion principal et les zones refondues par les bains de fusion adjacents de la même couche ou de la couche supérieure.

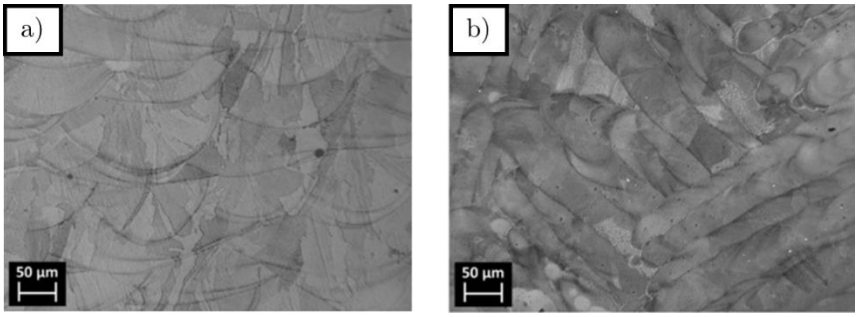


Figure 1.20 - a) Section longitudinale des bains de fusion le long de BD observée au MEB [134].
b) Section transversale des bains de fusion observée au MEB [134].

La forme, et surtout la taille, de ces bains dépendent des paramètres du procédé L-PBF comme la puissance du laser ou la vitesse de balayage. En effet, augmenter la densité volumique d'énergie implique un accroissement de la largeur des bains de fusion [85]. Par ailleurs, l'orientation de la direction de balayage du laser par rapport à celle du flux de gaz d'évacuation a une influence notable sur la profondeur des bains de fusion. En effet, Andreau et al. [135] ont montré que cette profondeur est réduite de 33% entre des directions orthogonales et parallèles. Une des causes serait une meilleure évacuation du nuage de vapeur métallique généré par l'impact du laser sur la matière lorsque le flux de gaz est orthogonal à la direction de balayage. S'il n'est pas évacué, ce nuage peut agir sur le faisceau laser de deux manières : soit en tant que lentille thermique qui va défocaliser le laser, soit en tant que milieu absorbant à cause de la condensation de nanoparticules [136,137].

Les limites des bains de fusion peuvent être révélées par différentes attaques chimiques à l'eau régale (mélange d'acides chlorhydrique et nitrique) ou encore à l'acide oxalique [4,134]. La cause de cette réactivité spécifique n'est pas encore élucidée. Des hypothèses existent pourtant comme une microstructure de solidification différente localement, ou encore une ségrégation chimique avec notamment une chute de la teneur en Mo et Cr [138].

Enfin les effets de ces joints de bains de fusion sur les propriétés mécaniques restent encore assez flous. Si une majorité de publications mentionne plutôt le rôle des grains, certaines pointent plus particulièrement les joints de bains [57,139]. Shifeng et al. [139] exposent l'existence de deux types de joints de bains : ceux délimitant les cordons d'une couche (« Track-Track ») et ceux délimitant les couches entre elles. Ils attribuent l'anisotropie de ductilité à ces joints de bains. De même, Ronneberg et al. [57] expliquent la rupture en traction le long des joints de bains par la présence accrue de porosités aux joints (cf. **Figure 1.21**), confirmée par les observations de Casati et al. [134].

1.3.2.2.2. Les grains

La microstructure de l'acier 316L élaboré par L-PBF est dans la grande majorité des cas composée de grains colonnaires [4,5,135]. Ces grains peuvent alors traverser de multiples bains de fusion comme exposé en **Figure 1.21** à cause d'une croissance de grains par épitaxie [140]. La microstructure brute de fabrication est alors composée de grands grains colonnaires préférentiellement orientés le long de la direction de construction.

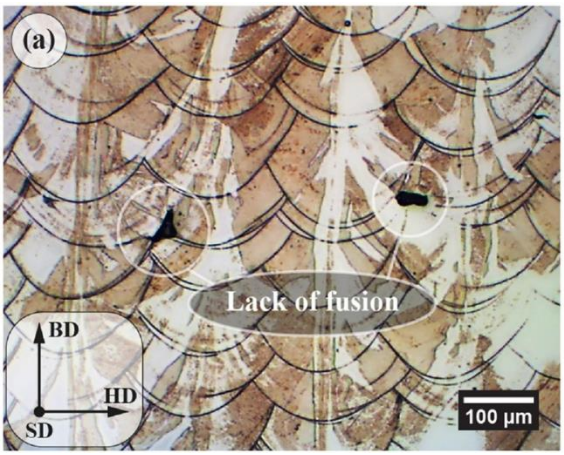


Figure 1.21 - Observation au MO d'un acier 316L consolidé par L-PBF [57].

Outre une anisotropie de morphologie de grains, les aciers 316L L-PBF présentent une texture cristallographique après consolidation. L'analyse en détail des mécanismes de croissance de grains permet d'expliquer la texture majoritaire ⟨110⟩ alignée selon la direction de construction *BD*.

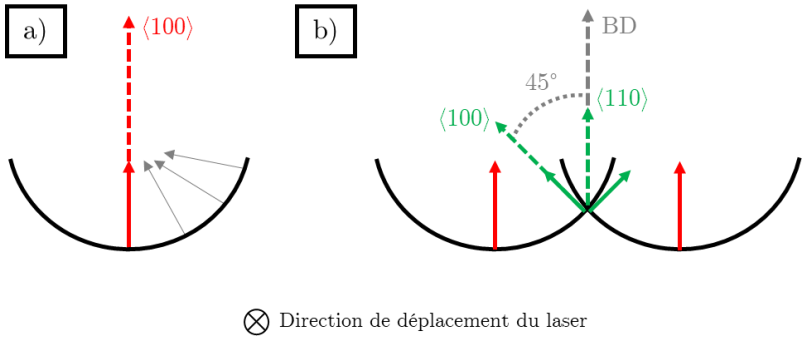


Figure 1.22 - **a)** Croissance de grain dans un unique bain de fusion.
b) Croissance d'un grain orienté ⟨110⟩ par rapport à *BD* entre deux bains de fusion.

Tout d'abord, la direction principale de croissance des cristallites de structures CFC est ⟨100⟩, et la croissance des grains se fait en général selon le gradient thermique. Dès lors, un grain en croissance au fond du bain de fusion aura sa direction cristallographique ⟨100⟩ alignée selon *BD*. Pour un unique cordon, la direction ⟨100⟩ des grains est donc orientée du bord du bain vers son centre comme exposé en **Figure 1.22 a)**. Lorsque le cordon adjacent est formé, une partie du premier cordon est refondue. Les nouveaux grains issus de cette zone refondue ont alors une direction ⟨100⟩ à environ 45° de la direction de construction. Une croissance par épitaxie d'un même grain entre les deux bains de fusion est alors possible. L'orientation cristallographique de ce grain par rapport à *BD* est alors ⟨110⟩ [34,135,141].

Dans le cas d'une stratégie de balayage sans rotation entre couches consolidées, comme les bains de fusion sont empilés les uns sur les autres sans décalage, la croissance par épitaxie peut alors continuer et former de longs grains colonnaires ayant des textures de fibre ⟨100⟩ et ⟨110⟩ alternées comme montrées en **Figure 1.23**.

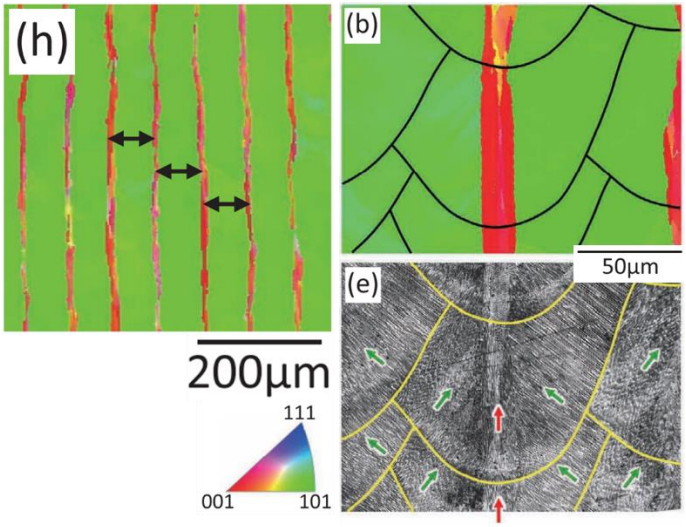


Figure 1.23 - (b) et (h) : Cartographies IPF obtenues par EBSD pour des aciers 316L consolidés par L-PBF montrant l'alternance des structures d'orientation ⟨100⟩ et ⟨110⟩
(e) : Image en SE correspondante à la cartographie (b). Les flèches indiquent les directions d'élongation des cellules (vert : ± 45° contribuant à la texture ⟨110⟩ / rouge : contribuant à la texture ⟨100⟩).
Tiré de [142].

Si la stratégie induit notamment des rotations d'orientation de lasage entre les couches consolidées, l'épitaxie s'en retrouve perturbée et la microstructure présente des grains colonnaires moins longs et une texture ⟨110⟩ selon *BD* moins marquée. Cependant, la microstructure de l'acier 316L issu de la consolidation par le procédé L-PBF est en définitive fortement anisotrope du fait de la morphologie des grains et de la texture cristallographique.

D'autres structures et morphologies de grains peuvent être obtenues à partir du procédé L-PBF. Celle qui concerne plus particulièrement cette thèse a été découverte par Aziz CHNIOUEL lors de sa thèse [5]. Elle sera décrite plus particulièrement en **1.3.2.2.6**.

1.3.2.2.3. Les sous-structures cellulaires

Les grains de l'acier 316L élaboré par le procédé L-PBF sont composés d'une sous-structure cellulaire spécifique, qui regroupe deux types de cellules : les cellules de solidification et les cellules de dislocations. Cette sous-structure cellulaire est essentiellement due aux cycles rapides fusion/solidification. Deux paramètres liés au processus de solidification influencent les caractéristiques de cette sous-structure : le gradient de température à l'interface solide/liquide G et la vitesse de déplacement du front de solidification R [143].

Les paramètres procédés employés pour une consolidation par L-PBF sont tels que la croissance de grains dans le bain liquide se réalise selon un mode cellulaire [140]. Scipioni Bertoli et al. [144] ont montré que cette sous-structure cellulaire est stable pour une large gamme de rapport $P_{laser}/v_{balayage}$, et donc de densité volumique d'énergie par extension. En effet, le rapport G/R est très peu affecté par une variation de densité volumique d'énergie. Le produit $G{\times}R$ représente la vitesse de refroidissement et détermine la taille des cellules. Par conséquent, augmenter la puissance comme le rapport $P_{laser}/v_{balayage}$ revient à augmenter la taille des cellules, qui varient de quelques centaines de nanomètres à plusieurs micromètres [144,145].

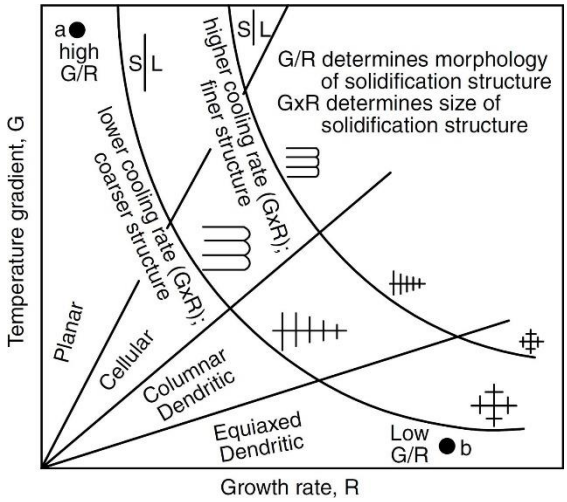


Figure 1.24 - Effet du gradient de température G et de la vitesse du front R sur la taille et la morphologie de la microstructure de solidification [143].

Les limites de ces cellules, appelées murs, sont des zones ségrégées chimiquement avec un enrichissement local en Cr et Mo comme exposé en **Figure 1.25**. Cette ségrégation s'opère dans les derniers instants de la solidification et l'épaisseur des murs avoisine 100 nm [146]. Ces murs peuvent constituer des sous-joints de grains à faibles angles de désorientation. Voisin et al. [147] estime les angles de désorientation comme compris entre 2 et 10°.

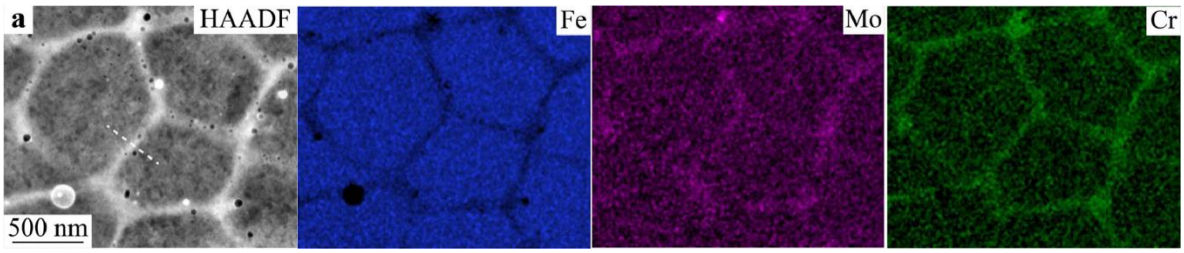


Figure 1.25 - Cartographie STEM/EDX de la structure cellulaire d'un acier 316L L-PBF [147].

Par ailleurs, comme mentionné précédemment, un deuxième réseau de cellules vient s'ajouter : les cellules de dislocations. En effet, du fait des nombreux cycles de fusion/solidification qui peuvent induire une intense déformation plastique, l'acier 316L L-PBF comporte une densité de dislocations plus élevée qu'un acier 316L conventionnel. Bertsch et al. [148] estiment à 10^{14} m^{-2} cette densité de dislocations. Dans la très grande majorité des cas, les cellules de dislocation ont une forme et une taille similaires aux cellules de solidification, à tel point que les deux réseaux semblent se superposer [147,148]. Toutefois, certains paramètres procédés peuvent aboutir à une décorrélation entre les deux réseaux [149].

Cette sous-structure cellulaire a une influence sur les propriétés mécaniques qui sera discutée en **1.3.3.1**.

1.3.2.2.4. Les précipités

L'acier 316L L-PBF contient des précipités de taille nanométrique, principalement situés dans les murs des cellules de solidification comme cela peut être observé en **Figure 1.25**. Généralement de forme sphérique et de structure rhodonite, ils sont riches en Si et en Mn [4,147,150]. Les taille et nombre de nano-précipités semblent influencés par la teneur en oxygène dans le milieu de solidification, elle-même régie par la quantité d'oxygène dans la chambre de construction et dans la poudre initiale.

En effet, d'après Zhou et al. [151], une teneur en oxygène élevée de l'ordre de 1000 à 2000 ppm induit de nombreux précipités de taille assez faible comprise entre 50 et 100 nm. À l'inverse, avec une teneur plutôt faible entre 300 et 500 ppm, moins de précipités sont répertoriés, mais leur taille peut alors dépasser le micromètre.

Enfin, comme mentionné en **1.2.3.3**, le recyclage des poudres peut induire une teneur plus élevée d'oxygène dans les poudres, notamment avec l'adjonction des projections provoquées par le passage du laser. Ces éjectats possèdent également en surface des particules riches en manganèse et en silicium qui, une fois refondue, peuvent former des précipités de taille micrométrique riches en ces éléments [103].

1.3.2.2.5. Influence des paramètres L-PBF

Une grande partie des propriétés microstructurales est tributaire des paramètres du procédé L-PBF évoqués en **1.2.2.3**.

Tout d'abord, les paramètres les plus influents sont la puissance du laser P_{laser} et la vitesse de balayage $v_{balayage}$, qui sont très souvent présentées ensemble. Dans la plupart des cas, l'optimisation de ces deux paramètres seulement peut permettre d'obtenir un matériau dense à 99%. En revanche, une mauvaise optimisation de ces paramètres peut conduire à la consolidation de pièces dont la porosité est assez importante comme mentionné en **1.2.2.2.2**. La puissance du laser a un impact certain sur la microstructure, que ce soit sur la morphologie ou la taille des grains ou sur la texture cristallographique. En effet, une puissance faible aboutit à une microstructure fine et plus la puissance est élevée plus les grains sont longs et allongés dans la direction de construction [152]. Kurzynowski et al. [153] ont par ailleurs montré qu'une augmentation de la puissance du laser s'accompagne d'une augmentation de l'indice de texture et du rapport d'aspect des grains.

Une distance inter-cordon (Hatching Distance ou HD) trop élevée aboutit à la formation de porosités entre bains de fusion par non-recouvrement des cordons adjacents [75]. Néanmoins, l'influence du HD sur la microstructure et la porosité reste limitée dans les gammes utilisées dans le procédé L-PBF [4].

Dernier paramètre important, la stratégie de balayage joue un rôle prépondérant dans la morphologie de la microstructure consolidée. Plusieurs stratégies sont utilisées et étudiées (**Figure 1.26**) : les stratégies en méandres, celles en damier et celles en bandes.

Le passage d'une couche consolidée à la suivante est souvent accompagné par l'incrémentation d'un angle de rotation voire d'un décalage du motif de lasage. Comme mentionné en **1.3.2.2.2**, l'absence d'angle de rotation conduit à une superposition des cordons qui peut aboutir à des grains très allongés dans le sens de construction et une texture alternée $\langle 100 \rangle / \langle 110 \rangle$ selon *BD*. Par ailleurs, Montero-Sistiaga et al. [152] ont montré que dans ces conditions, le matériau consolidé présente des porosités alignées selon *BD* dont la taille peut dépasser 1 mm. L'angle de rotation entre chaque couche permet ainsi de « casser » la croissance épitaxiale et de fait de diminuer l'intensité de la texture et la longueur des grains. Le décalage du motif peut accentuer encore plus cet effet. Plusieurs valeurs d'angle de rotation sont utilisées pour le procédé L-PBF et deux valeurs ressortent de la bibliographie existante : 90° et 67°. Ali et al. [69] ont montré qu'appliquer une rotation de 90° entre chaque couche réduit la proportion de contraintes internes dans le matériau, ici du TA6V mais ce résultat est extrapolable au 316L. La rotation de 90° induit que la couche $n+4$ a la même orientation que la couche n. L'angle de

67° augmente de manière extrêmement importante le nombre de couches avant de revenir à une orientation déjà utilisée, d'où son utilisation prépondérante [66].

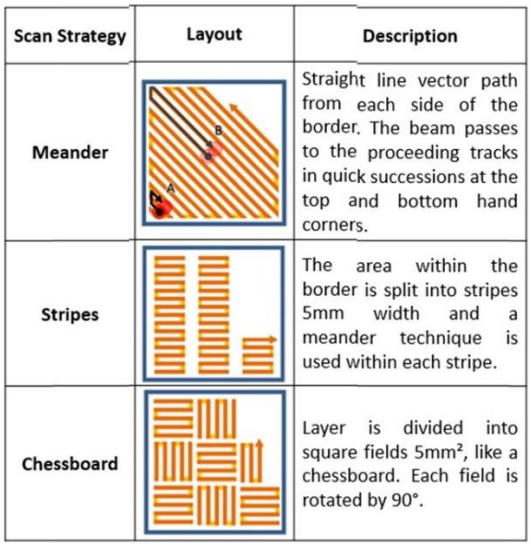


Figure 1.26 - Description des stratégies de balayage utilisées pour le procédé L-PBF [66].

Concernant les stratégies de consolidation, plusieurs études ont montré l'intérêt de la stratégie en damier, notamment pour éviter la formation de porosités entre les cordons de lasage et pour mieux répartir les contraintes résiduelles [154,155]. Néanmoins, Magana-Carranza et al. [66] ont observé que, pour une pièce en 316L L-PBF ayant une densité relative de 99,95%, la force exercée par cette pièce sur le plateau de construction du fait des contraintes résiduelles s'élève à 4200 N, 3700 N et 2100 N respectivement entre des stratégies en damier, en bandes ou en méandres après 75 couches. Il apparaît donc que les stratégies à vecteurs laser courts induisent plus de contraintes internes. Ils ne détaillent cependant pas la répartition de ces contraintes dans le matériau.

1.3.2.2.6. Influence de la poudre d'origine

Un autre paramètre peut également influer sur la microstructure consolidée : la poudre initiale utilisée. Dans sa thèse, Aziz Chniouel a montré qu'avec un changement de poudre les microstructures obtenues peuvent drastiquement changer, tout en maintenant les paramètres machine inchangés [5].

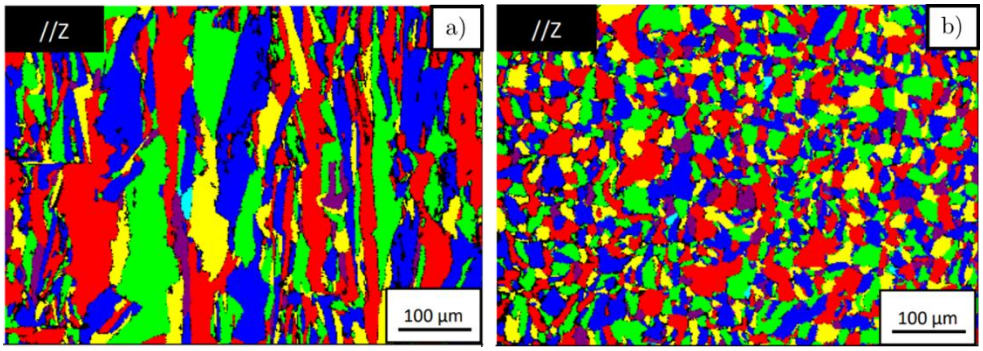


Figure 1.27 - **a)** Cartographie de grains obtenue avec la poudre Trumpf [5].
b) Cartographie de grains obtenue avec la poudre Praxair [5].

En effet, l'utilisation d'une poudre particulière, qui sera dénommée Praxair du nom du fabricant dans tout le manuscrit, aboutit à la consolidation d'une microstructure équiaxe comme

présenté en **Figure 1.27 b)**, alors que la consolidation d'une autre poudre 316L dans les mêmes conditions produit une microstructure plus « classique » (cf. **Figure 1.27 a)**). De plus, la microstructure Praxair ne présente qu'une texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD* extrêmement faible, voire inexistante selon certains auteurs [35,80].

Les caractéristiques des poudres ont été étudiées. Il en ressort que leurs propriétés morphologique et granulométrique sont relativement similaires et ne peuvent expliquer à elles-seules les différences microstructurales observées (**Tableau 1.4** et **Figure 1.28**).

Poudre	**d_{10}(µm) ± 1 µm**	**d_{50}(µm) ± 1 µm**	**d_{90}(µm) ± 1 µm**	**Densité réelle (g.cm^{-3}) ± 0,03 g.cm^{-3}**	**Densité apparente (g.cm^{-3}) ± 0,03 g.cm^{-3}**
Trumpf	20	25	38	7,99	4,39
Praxair	23	32	48	7,99	4,00

Tableau 1.4 - Caractéristiques physiques des poudres Trumpf et Praxair utilisées dans l'étude menée par Aziz Chniouel [5].

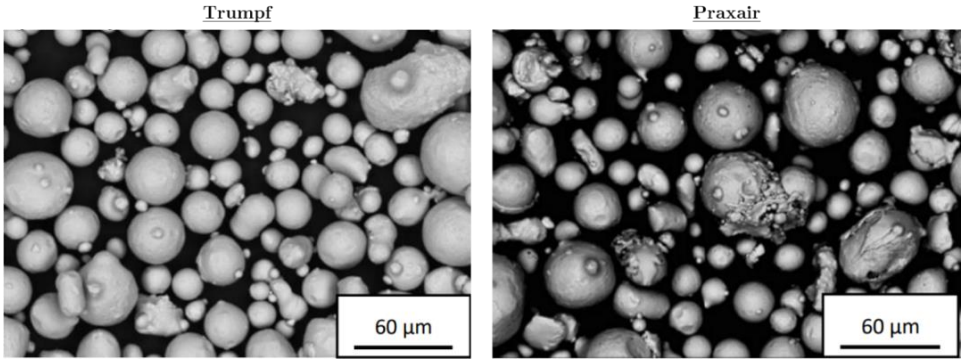


Figure 1.28 - Observation en MEB-SE des poudres Trumpf et Praxair [5].

Il ne reste que la composition chimique pour déterminer une éventuelle différence. L'analyse de la composition chimique par ICP-OES et analyseur chimique montre plusieurs différences entre la poudre Praxair et la poudre produite par Trumpf, notamment concernant les teneurs en manganèse, azote, phosphore ou cuivre (**Tableau 1.5**). Des poudres d'autres fabricants ont également été analysées lors de cette étude.

Une comparaison englobant la totalité des poudres analysées laisse supposer que seule la teneur en azote de la poudre aurait un rôle significatif sur les différences microstructurales observées, compte tenu du fait que toutes les autres poudres mentionnées permettent d'obtenir des microstructures similaires à celle obtenue avec la poudre Trumpf. La teneur en azote évolue d'un facteur 10 entre les deux poudres, variant de 86 ppm pour la poudre Praxair à 877 ppm pour la poudre Trumpf. Cette différence peut être expliquée par le procédé d'obtention de ces poudres. En effet, si le procédé d'atomisation est identique, le gaz d'atomisation change : l'azote est utilisé pour la poudre Trumpf, comme pour la grande majorité des poudres utilisées en L-PBF, et l'argon est utilisé pour la poudre Praxair.

	Pourcentage massique (%) 3% d'erreur relative					Ppm massique (ppm)					
Éléments	**Cr**	**Ni**	**Mn**	**Mo**	**Si**	**O**	**N**	**C**	**P**	**S**	**Cu**
Praxair	17,26	12,42	0,51	2,50	0,43	284	86	170	44	95	100
Trumpf	17,55	11,75	1,15	2,00	0,45	231	877	170	7	65	250
SLM	17,35	11,45	1,06	2,07	0,51	1876	982	--	300	130	2150
Oerlikon	17,98	12,86	0,38	2,27	0,40	1245	299	--	40	70	150
LPW	17,10	12,12	1,21	2,18	0,64	865	517	--	40	65	25
Carpenter	18,04	12,95	0,73	2,21	0,55	621	377	--	25	31	15

Tableau 1.5 - Composition chimique des poudres d'acier 316L étudiées par A. Chniouel [5].

L'explication de la formation de cette microstructure particulière reste encore floue. Les hypothèses avancées jusque-là seraient la présence d'agents de germination dans les bains de fusion ou encore une inhibition de la croissance par épitaxie. D'autres équipes ont utilisé cette poudre et ont obtenu des résultats légèrement différents : la microstructure reste fine et faiblement texturée mais les grains ne sont pas équiaxes [35,156]. Néanmoins, ils n'attribuent pas la cause de cette morphologie spécifique à la poudre, mais plutôt aux paramètres procédés utilisés.

1.3.2.3. Bilan

L'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF diffère de manière assez importante de l'acier 316L produit de manière conventionnelle.

Les différences les plus notables sont essentiellement :

- La présence des bains de fusion qui se manifeste par l'observation de joints de bains.
- La morphologie et la taille des grains. La microstructure « classique » du 316L L-PBF présente des grains colonnaires, allongés dans la direction de construction *BD*.
- La texture cristallographique. En général, la direction $\langle 110 \rangle$ est orientée selon *BD*, du fait des mécanismes de solidification des grains.
- La sous-structure cellulaire unique des aciers 316L consolidés par L-PBF. Elle est constituée de deux réseaux distincts qui se superposent dans la grande majorité des cas : les cellules de solidification et les cellules de dislocations.
- La présence en plus ou moins grande quantité de précipités riches en silicium, oxygène et manganèse en majorité. Ils sont formés lors de la consolidation de l'acier par L-PBF, grâce notamment à l'oxygène contenu dans la chambre de fabrication et dans la poudre initiale.

Bien évidemment, ces caractéristiques dépendent des paramètres de fabrication. En particulier, la puissance du laser, la vitesse de balayage et la stratégie de balayage jouent des rôles prépondérants sur l'évolution de la morphologie des grains et la texture cristallographique entre autres.

Enfin la thèse d'Aziz Chniouel a soulevé la question de la poudre initiale comme paramètre important à prendre en compte pour la détermination de la microstructure finale des pièces consolidées. En effet, l'utilisation d'une poudre atomisée sous argon, qui sera nommée du nom du fabricant Praxair dans le manuscrit, aboutit à la consolidation en une microstructure fine sans texture cristallographique,

composée de grains équiaxes. Bien évidemment, ces propriétés microstructurales ont une influence certaine sur les propriétés mécaniques des pièces consolidées.

1.3.3. Propriétés mécaniques de l'acier 316L consolidé par L-PBF

Les influences des paramètres procédés et de la poudre seront discutées en **1.3.3.2** et **1.3.3.3**. Il faut néanmoins garder en tête que les propriétés mécaniques sont forcément liées aux propriétés microstructurales, et donc que ces discussions sont à mettre en parallèle avec les paragraphes **1.3.2.2.5** et **1.3.2.2.6**.

1.3.3.1. Propriétés en traction dans le cas général et comparaison avec l'acier 316L conventionnel

L'essai de traction est un des moyens de caractérisation mécanique d'un matériau. Il est simple et efficace pour contrôler la tenue mécanique des pièces consolidées par le procédé L-PBF. Deux directions sont communément étudiées dans la littérature scientifique, du fait principalement de la nature anisotrope de la microstructure exposée en **1.3.2.2.2** :

- Parallèle à la direction de construction *BD* ($\parallel BD$) : l'éprouvette est verticale par rapport au plateau de construction.
- Orthogonale à la direction de construction ($\perp BD$) : l'éprouvette est à l'horizontale, dans un plan parallèle au plateau de construction comme exposé en **Figure 2.6 b)**. L'orientation de l'éprouvette dans ce plan ne revêt qu'assez peu d'importance dans le cas d'une stratégie de balayage imposant une rotation et une translation du motif de lasage entre les couches.

Avant de rentrer dans les détails des propriétés en traction, il est important de noter que la forme des éprouvettes de traction a une influence sur les résultats acquis. En effet, Lavery et al. [111] ont montré que des éprouvettes cylindriques présentent de meilleures propriétés mécaniques, tant en résistance mécanique qu'en allongement à rupture.

Le **Tableau 1.6** compile des valeurs de $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ de la littérature concernant l'acier 316L conventionnel et consolidé L-PBF sous différentes conditions.

Il est tout d'abord à noter que les propriétés mécaniques de l'acier 316L L-PBF à l'état brut de fabrication respectent les spécifications fixées par les normes RCC-MRx et ASTM A666-15/A240. La résistance à la traction R_m, et surtout la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ de l'acier 316L L-PBF sont supérieures à celles de l'acier 316L conventionnel, pour les deux orientations de traction étudiées. Elles peuvent être expliquées par le haut niveau de contraintes résiduelles et la forte densité de dislocations dans les aciers consolidés par la voie L-PBF [133,157]. Wang et al. [133,157] mentionnent également le rôle de la sous-structure cellulaire comme frein à la propagation des dislocations et des macles induites par la déformation plastique, ce qui augmente la résistance mécanique de l'acier.

Cette hausse de la résistance à la traction et de la limite d'élasticité s'accompagne d'une chute de l'écrouissabilité du 316L L-PBF par rapport à l'acier conventionnel [158,159]. De plus, une diminution de l'allongement à rupture est à noter pour l'acier 316L L-PBF. Cette observation peut être expliquée par le fait qu'une augmentation de la limite d'élasticité d'un matériau s'accompagne d'une diminution de son aptitude à la déformation plastique et par la présence de possibles porosités inhérentes au procédé L-PBF.

Si les valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m restent relativement homogènes entre les différentes études, l'allongement à rupture peut varier énormément avec une plage évoluant de 10 à 70%. Cette grande hétérogénéité des mesures provient essentiellement des défauts de l'acier consolidé. La présence de porosités ou de précipités peut grandement influencer la rupture du matériau et par conséquent les propriétés mécaniques [160]. Même si le mode de rupture pour l'acier 316L L-PBF est ductile, des zones de rupture fragile autour de ces défauts sont observées.

En outre, du fait de sa microstructure anisotrope exposée en **1.3.2.2**, l'acier consolidé par L-PBF présente une anisotropie plus ou moins importante dans son comportement mécanique en traction. En effet, les propriétés mécaniques dépendent de l'orientation de la direction de traction par rapport à la direction de construction (*BD*) :

- Limite d'élasticité et contrainte maximale : $R_{p0,2}$ et R_m sont plus faibles lorsque les deux directions sont colinéaires [5,134,161]. L'aspect colonnaire des grains issus du procédé L-PBF peut expliquer la différence de limite d'élasticité entre les deux orientations. La densité de joints de grains est alors plus élevée dans la direction orthogonale à *BD*, ce qui peut expliquer cette augmentation de $R_{p0,2}$. Concernant R_m, la question reste encore ouverte. Une hypothèse récurrente est la décohésion possible entre les couches au niveau des joints de bains de fusion, ce qui favoriserait une rupture plus « simple » lorsque la direction de sollicitation est selon *BD* [5,57]. Cette décohésion à cette interface peut être due à la concentration locale de défauts de fusion ou encore aux phénomènes de ségrégation chimique mentionnés en **1.3.2.2.1**. Un dernier paramètre vient s'ajouter à l'ensemble de ces facteurs pour expliquer l'anisotropie de comportement mécanique en traction : la texture cristallographique du matériau. En effet, Wang et al. [162] ont construit des ébauches ayant de très fortes textures cristallographiques et ont montré une corrélation entre propriétés en traction et texture, ce qui est cohérent vis-à-vis du fait que l'activation des modes de déformation (maclage, glissement) dépend du facteur de Schmid local (cf. **1.4.1.1.3**). Néanmoins, l'acier 316L qu'ils ont consolidé présente des grains colonnaires qui peuvent interférer avec ces conclusions. Güden et al. [158] relient les variations de résistance et de ductilité aux changements de l'angle entre l'orientation de la texture de fibre et la direction de traction, après des calculs des facteurs de Schmid en traction pour les systèmes de glissement et de maclage.

- Allongement à rupture : l'évolution de l'allongement à rupture entre les deux directions de sollicitation reste assez floue avec des exemples allant dans un sens comme dans l'autre. L'anisotropie d'allongement à rupture peut être très importante, plus importante que l'anisotropie de $R_{p0,2}$ et R_m, variant du simple au triple dans le cas étudié par Hitzler et al. [163].

- Écrouissabilité : Güden et al. [158] ont montré que l'angle de construction des ébauches influe sur l'écrouissabilité du matériau (cf. **Figure 1.29**). En effet, l'écrouissabilité pour une ébauche $\perp BD$, qui est déjà bien plus faible que pour un acier 316L conventionnel, diminue encore progressivement jusqu'à devenir nulle pour une ébauche $\parallel BD$. Ils remarquent également une différence de contraintes de maclage entre les deux directions. Elle est plus faible dans le cas $\perp BD$, ce qui pourrait expliquer les différences de ductilité et d'écrouissabilité.

En définitive, malgré ces particularités, l'acier 316L consolidé par L-PBF dans son état brut de fabrication présente des propriétés tout-à-fait intéressantes pour une utilisation industrielle, en particulier pour sa capacité à allier ductilité et haute résistance mécanique.

Source	**Conditions**	**$R_{p0,2}$ (MPa)**		**R_m (MPa)**		**$A_{Rupture}$ (%)**	
Direction de traction		(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)
Propriétés en traction de l'acier 316L conventionnel							
RCC-MRx*	Acier 316L forgé	190		490		45	
ASTM A666-15/A240		170		485		40	
Conventionnel [164]		260		585		60	
Conventionnel [165]		439		783		40	
Influence de la direction de construction							
Güden et al. [158]	316L L-PBF « Classique »	560	610	580	680	70	58
Hitzler et al. [163]		460	530	520	640	17	44
Braun et al. [164]		510	630	619	750	42,2	33
Gu et al. [161]		489,9 ± 17,2	494, 8 ± 17,6	548,3 ± 18,8	640,3 ± 23,6	43,7 ± 1,5	56,7 ± 1,4
Wang et al. [162]	316L L-PBF **Fortement texturé**	495,4 ± 15,1	546,1 ± 10,0	607,2 ± 11,3	645,4 ± 1,1	96,3 ± 3,0	36,2 ± 0,9
Influence des paramètres machine du procédé L-PBF							
Suryawanshi et al. [166]	Sans Damiers	511,6 ± 14	430,4 ± 11	621,7 ± 12	509,0 ± 3	20,4 ± 3	12,4 ± 1
	Damier	536,4 ± 4	448,5 ± 20	668,4 ± 5	527,9 ± 7	24,7 ± 2	11,6 ± 1
Deev et al. [167]	P_{laser} = 175 W	419	--	482	--	9,0	--
	P_{laser} = 185 W	470	--	556	--	12,1	--
	P_{laser} = 195 W	486	575	581	696	17,9	35,0
Influence de la poudre utilisée							
Chniouel [5]	Trumpf	520 ± 7	588 ± 9	584 ± 3	717 ± 2	77 ± 6	55 ± 2
	Praxair	429 ± 6	486 ± 2	620 ± 3	670 ± 1	49 ± 5	62 ± 2
Dryepondt et al. [35]	Praxair	440	460	620	640	80	73
Heiden et al. [103]	Poudre neuve	600	--	450	--	43	--
	Recyclée x30 tamisée	587	--	449	--	50	--

** Pour les valeurs des normes RCC-MRx et ASTM A666-15/A240, les valeurs minimales ont été retenues.*

Tableau 1.6 - Comparatif global des propriétés en traction d'éprouvettes en 316L L-PBF.

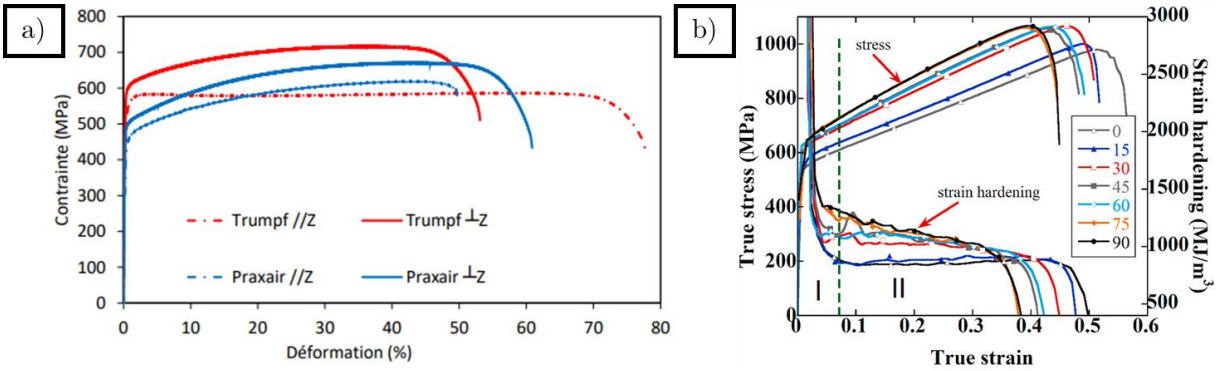


Figure 1.29 - **a)** Courbes de traction des aciers Trumpf et Praxair élaborés par A. Chniouel selon deux directions de sollicitation (Z = BD) [5].
b) Courbes d'évolution de la contrainte vraie et de l'écrouissabilité en fonction de la déformation vraie pour différents angles de construction (0° = ⊥ BD / 90° = ∥ BD) [158].

1.3.3.2. Influence des paramètres procédés sur les propriétés en traction uni-axiale

Le **Tableau 1.6** dresse un comparatif rapide permettant d'aborder succinctement l'influence des paramètres procédés. En effet, comme les paramètres influent sur les propriétés microstructurales de l'acier 316L consolidé par L-PBF, ils vont par voie de conséquence avoir un impact sur les propriétés en traction de ce matériau.

Tout d'abord, la stratégie de balayage semble jouer un rôle sur ces propriétés comme le montrent Suryawanshi et al. [166]. En effet, d'après cette étude, une stratégie de balayage en damier permet d'obtenir de meilleures propriétés en traction qu'une stratégie sans.

L'influence de la densité volumique d'énergie reste discutable car des études sont contradictoires à ce sujet. Aziz Chniouel [5] montre qu'une augmentation de densité volumique d'énergie de 90 J.mm^{-3} à 340 J.mm^{-3} induit une baisse de $R_{p0,2}$ et de R_m, diminuant respectivement de 530 à 480 MPa et de 590 à 550 MPa. Mais, Bertoli et al. [144] ne semblent pas détecter de tendance particulière après augmentation de cette densité.

La puissance du laser P_{laser} a un impact plus marqué, comme en ce qui concerne les propriétés microstructurales. Une augmentation de P_{laser} induit une amélioration des propriétés du matériau, pour toutes les directions mentionnées précédemment car elle induit une diminution de la porosité des pièces consolidées. Par ailleurs, une augmentation de l'anisotropie des propriétés mécaniques peut être envisagée suite à une augmentation de la puissance du laser car elle induit déjà une texture cristallographique plus prononcée et un rapport d'aspect des grains plus élevé [153].

1.3.3.3. Influence de la poudre initiale

La poudre initiale influence les propriétés microstructurales comme mécaniques.

Tout d'abord, le recyclage des poudres peut induire une altération des propriétés mécaniques des ébauches consolidées. Le tamisage permet de limiter, voire d'annuler complètement ces effets en éliminant les éjectats de grande taille (> 50 µm) qui perturbent la mise en couche et l'homogénéité chimique du matériau [91,103]. Si la densité du matériau est altérée, les propriétés en traction restent stables, sans tendance particulière après 14 cycles [91] et 30 cycles [103]. Néanmoins, le recyclage des

poudres induit une augmentation du taux d'oxygène global de celles-ci, ce qui implique une augmentation de la quantité de précipités de taille micrométrique à l'issue de la phase de consolidation. Cet effet pourrait avoir un impact sur les propriétés mécaniques car chacun de ces précipités peut être un point d'initiation de fissure. Mais il n'en est rien, signe que la ductilité permet de compenser ou que le nombre de ces précipités reste trop réduit pour avoir une influence notable.

Outre les différences microstructurales mentionnées précédemment, les propriétés mécaniques sont également impactées par les caractéristiques de la poudre, en particulier l'anisotropie en fonction des directions de traction [5]. En effet, les pourcentages d'anisotropie calculés pour $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ sont systématiquement plus élevés pour l'acier Trumpf que l'acier Praxair. Cette baisse d'anisotropie est visible sur la **Figure 1.29 a)** par le fait que les courbes $\parallel BD$ et $\perp BD$ soient proches. Cette observation est également observée par Dryepondt et al. [35] qui, avec des paramètres procédés différents, obtiennent des valeurs de limite d'élasticité et de contrainte maximale similaires mais un allongement plus élevé (cf. **Tableau 1.6**). Enfin, l'écrouissabilité de cet acier semble moins tributaire de l'orientation de traction et plus élevée que celle de l'acier Trumpf.

1.3.3.4. Bilan

Cette partie a permis de dégager certaines caractéristiques mécaniques de l'acier 316L L-PBF brut de fabrication :

- Les propriétés en traction sont en général en accord avec les normes RCC-MRx et ASTM A666-15/A240, qui sont imposées dans le domaine du nucléaire.
- La limite d'élasticité et la résistance à la traction sont plus élevées que pour l'acier 316L conventionnel à cause des contraintes résiduelles et du réseau de cellules de dislocations présent dans le matériau brut.
- L'allongement à rupture est en général plus faible du fait de la présence de défauts qui peuvent initier une fissure dans l'acier consolidé.
- La rupture est ductile mais certaines zones de rupture fragiles ont pu être repérées autour des défauts de microstructure (infondus ou précipités).
- La capacité d'écrouissage est très faible par rapport à l'acier 316L forgé.
- Les caractéristiques de la microstructure se retrouvent dans les propriétés en traction, notamment une forte anisotropie selon les directions de traction ($\parallel BD$ ou $\perp BD$).

1.4. Post-traitement du 316L L-PBF

Deux types de post-traitement sont évoqués dans cette section : la déformation à froid et le traitement thermique.

1.4.1. Déformation et laminage à froid

Le laminage à froid de l'acier 316L consolidé par L-PBF n'a jamais été étudié dans la littérature sauf très récemment par Aota et al. [168] qui étudient l'effet des traitements thermiques après laminage.

Les mécanismes de déformation en traction à froid de l'acier 316L brut de fabrication ont par contre été étudiés dans quelques études [133,158,159,162].

Cette partie va se concentrer sur ces aspects du 316L L-PBF et sur les propriétés en laminage à froid de l'acier 316L conventionnel.

1.4.1.1. Mécanismes généraux de déformation plastique

Il existe plusieurs mécanismes de déformation pour les matériaux polycristallins. Dans le cas des aciers austénitiques inoxydables, deux modes de déformations sont prépondérants : le glissement et le maclage.

1.4.1.1.1. Le glissement dans un monocristal (d'après [169])

Sous l'effet d'une contrainte, des défauts linéaires se forment dans la structure cristalline du matériau : les dislocations. Ces défauts peuvent se déplacer sous la contrainte appliquée, ce qui permet la déformation plastique du matériau. Le mouvement d'une dislocation peut induire un glissement d'une partie d'un cristal comme exposé en **Figure 1.30 a)** dans le cas d'une contrainte de cisaillement. Ce glissement équivaut alors à une translation élémentaire d'amplitude b, qui est le module du vecteur de Bürgers de cette dislocation. L'accumulation de ces translations élémentaires, induites par le passage des dislocations, permet alors la création d'un glissement visible à l'échelle macroscopique comme illustré en **Figure 1.30 b)**.

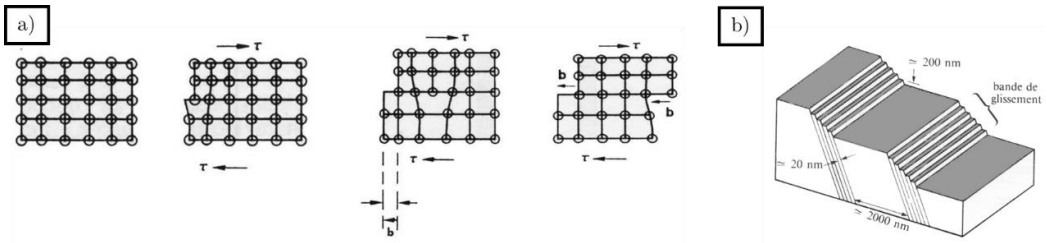


Figure 1.30 - a) Glissement d'une partie d'un cristal dû au passage d'une dislocation coin [169].
b) Schéma de la formation de bandes de glissement [169].

Le mouvement de ces dislocations peut être initié par divers facteurs comme l'application d'une contrainte sur le matériau. Pour que la dislocation puisse se déplacer, la contrainte de cisaillement appliquée doit vaincre les frottements du réseau cristallin, qui sont associés à une contrainte seuil appelée *Contrainte de Peierls-Nabarro*. L'augmentation des défauts dans la maille cristalline comme l'accumulation de dislocations ou la présence de particules de secondes phases, ou plus simplement la multiplication des changements de maille cristalline par le biais des joints de grains accroissent les difficultés de mouvement des dislocations, et donc une augmentation de cette contrainte seuil.

L'effet de la taille de grains, et donc de la densité de joints, est lié à la loi de Hall-Petch qui établit la contrainte extérieure à appliquer pour permettre la propagation de la déformation plastique d'un grain à son entourage, et donc le mouvement des dislocations à travers un joint de grain.

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \qquad \textbf{(2)}$$

Où : R_e *: Limite d'élasticité.*
σ_0 *: Contrainte nécessaire au mouvement des dislocations dans le réseau parfait.*
k_y *: Constante dépendant du matériau.*
d *: taille de grains.*

Cette relation est valable pour des grains suffisamment gros. En règle générale, plus la microstructure est fine, plus la contrainte doit être élevée pour permettre le passage des dislocations, chose qui n'est pas observée pour l'acier Praxair [5].

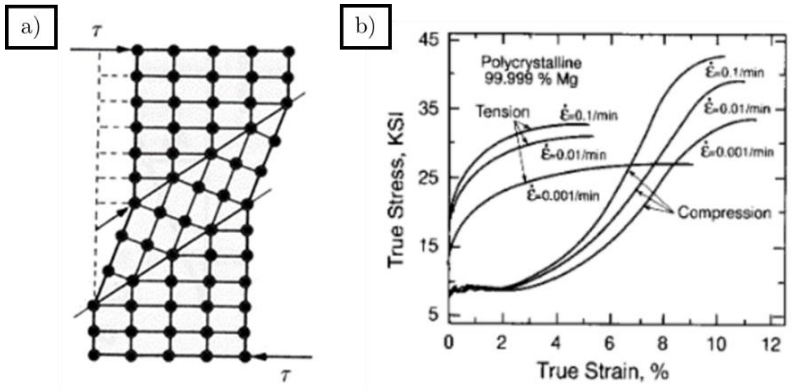
L'écrouissage d'un matériau est lié au durcissement du matériau induit par l'augmentation de la densité de dislocations. Donc la faible écrouissabilité de l'acier 316L L-PBF est probablement le signe que les cellules de dislocations du matériau brut sont déjà trop importantes pour provoquer un écrouissage supplémentaire.

Si l'on en revient au glissement, il se produit généralement selon des plans bien déterminés de la maille cristalline élémentaire. Les plans de glissement sont presque toujours les plans de plus forte densité atomique, les plans denses, et les directions de glissement les directions cristallographiques les plus denses. Dans le cas d'une structure cristalline CFC, ils sont :

- Plans de glissement : Famille de plans {111}
- Directions de glissement : Famille ⟨110⟩
  Chaque couple unique plan/direction est alors appelé *système de glissement*.

1.4.1.1.2. Le maclage

Le maclage est un autre mode de déformation plastique connu et répandu. Le principe du maclage est illustré par le schéma en **Figure 1.31 a)**. Il correspond à un cisaillement homogène d'une partie d'un cristal afin d'accommoder les contraintes imposées au matériau. Ce cisaillement s'accompagne d'une réorientation cristallographique de la maille localement. La macle correspond alors au volume de cristal qui a subi ce cisaillement. L'interface entre la macle et la maille parente est appelée *Joint de macle*, qui est un joint de type Σ3 cohérent induisant une désorientation de 60° détectable par des analyses de diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) dans les structures CFC.



Note : *la différence entre les courbes en traction et en compression de la Figure 1.31 b) provient du maclage qui est activé en compression seulement.*

Figure 1.31 - **a)** Schéma représentant un système de maclage [169].
b) Courbes contrainte/déformation vraies d'un polycristal de magnésium fortement texturé en traction et compression [170].

Le maclage est particulièrement observé dans les matériaux dont le nombre de systèmes de glissement est réduit car la probabilité qu'un système de glissement soit activé pour une contrainte de direction donnée est réduite. Par exemple, les matériaux de structure hexagonale compacte sont très susceptibles de macler.

Mais, d'autres facteurs peuvent déterminer si un matériau est favorable au maclage. Concernant les aciers inoxydables, il s'agit de l'énergie de défaut d'empilement (Stacking-Fault Energy

ou SFE). Un défaut d'empilement est un défaut plan qui peut se produire dans les matériaux cristallins. Par exemple pour un cristal de structure CFC, l'empilement usuel ABCABCABC dans la direction ⟨111⟩ de la maille cubique peut être perturbé et devenir localement ABCABABC. Ces défauts induisent dans le matériau une énergie de défaut d'empilement (SFE). La valeur de cette SFE induit alors différents comportements principaux pour un matériau de structure CFC sous contrainte [171,172] :

- SFE < 15 mJ.m^{-2} : Transformation martensitique
- SFE comprise entre 15 et 45 mJ.m^{-2} : Maclage
- SFE > 45 mJ.m^{-2} : Glissement de dislocation

La détermination de la SFE peut être effectuée par des calculs ab initio ou par des analyses en microscopie électronique en transmission (MET). D'après Molnár et al. [171], la SFE du 316L varie de 10 mJ.m^{-2} à partir de calculs ab initio, à 15 mJ.m^{-2} pour les analyses MET. D'après les critères énoncés précédemment, l'acier 316L est sujet au maclage et à la formation de martensite sous contrainte, ce qui est confirmé par différentes études [171,173]. En revanche, l'acier 316L L-PBF présente une SFE plus élevée avec des valeurs oscillant entre 20,8 et 27 mJ.m^{-2} [162,174].

L'apparition du maclage s'observe en général sous la forme d'un adoucissement des courbes de déformation comme exposé en **Figure 1.31 b)**. Dans la direction selon laquelle le maclage est favorisé, en compression dans cet essai, le niveau de contrainte reste plus bas sur une plage de déformation plus grande [175].

Comme pour le glissement, le maclage intervient selon des plans et des directions bien définies pour une structure cristalline. Dans le cas de la structure CFC, il s'agit :

- Plans de maclage : Famille de plans {111}
- Directions de maclage : Famille ⟨112⟩

  Chaque couple unique plan/direction est alors appelé variant de maclage.

La définition du maclage à l'échelle atomique sera quant à elle définie en **4.4.2**. Il est néanmoins important de mentionner dans cette partie bibliographique que le maclage implique un sens de maclage. Par conséquent, des macles ne sont favorables qu'en traction ou en compression, contrairement au glissement qui n'a pas de sens.

1.4.1.1.3. Facteur de Schmid et passage au polycristal

Comme mentionné précédemment, la déformation plastique d'un cristal s'effectue selon certains modes de déformations. De plus, le glissement ou le maclage s'effectuent selon un nombre discret de systèmes, qui ont chacun une orientation cristalline précise. Lorsqu'un cristal est soumis à une force en traction simple, seule la composante projetée sur un système de déformation activable peut induire une déformation plastique comme illustré en **Figure 1.32**.

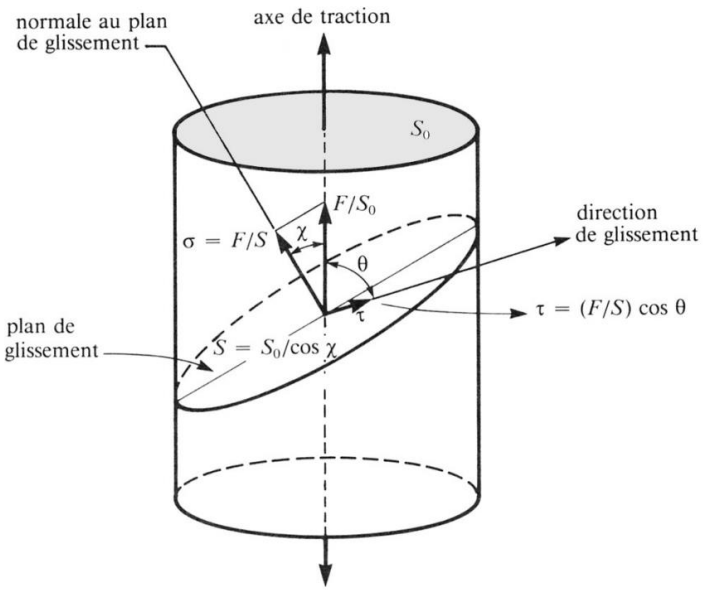


Figure 1.32 - Schéma de la projection de l'effort appliqué sur un plan de glissement [169].

La composante tangentielle τ dans la direction de glissement, appelée *Cission résolue* représente alors la force réellement exercée dans la direction de glissement. Elle a pour expression :

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cos\chi \cos\theta \quad \textbf{(3)}$$

Le terme « *cos(χ)cos(θ)* » est appelé le *Facteur de Schmid* (FS ou *m*) pour le système de déformation considéré ici. Il traduit la capacité d'un système de déformation à être activé par une contrainte de direction donnée. La valeur maximale du facteur de Schmid est 0,5 qui correspond au cas le plus favorable. Une valeur de FS pour un système de déformation comprise entre 0,4 et 0,5 est le signe que le système concerné est activable dans la direction de sollicitation déterminée [176]. L'analyse des FS sur un monocristal permet alors de déterminer les systèmes de glissement ou de maclage activables et de déterminer le ou les plus favorables [176,177].

Pour le glissement, la valeur absolue est retenue, contrairement au maclage, car le glissement peut fonctionner dans les deux sens. Pour le maclage, le signe du FS doit être pris en compte : s'il est négatif, le maclage ne peut accommoder la déformation qu'en compression, alors que s'il est positif, le maclage ne peut accommoder qu'une déformation en traction.

1.4.1.1.4. Cas particulier du laminage

L'étude présentée dans ce manuscrit traite d'une déformation à froid par laminage. Or, le calcul des facteurs de Schmid est réalisé pour des sollicitations en traction pure ou en compression pure.

Les travaux de Dillamore et Roberts [178] mentionnent une modélisation des systèmes de contraintes en laminage. Ils présentent ce système comme biaxial, ayant une composante en traction selon l'axe de laminage (RD pour Rolling Direction) et une composante en compression selon l'axe des rouleaux (ND pour Normal Direction). S'appuyant sur cette étude, Luo et al. [177] ont alors défini un facteur de Schmid effectif m_{eff} pour pouvoir étudier les variants de maclage activés lors du laminage à chaud d'un alliage de magnésium AZ31 de structure hexagonale compacte.

$$m_{eff} = \frac{1}{2}[\cos\varphi_{RD} \cos\lambda_{RD} - \cos\varphi_{ND} \cos\lambda_{ND}] \quad \textbf{(4)}$$

Dans cette expression, φ et λ sont respectivement les χ et ϑ utilisés de l'équation **(3)**. *RD* et *ND* indiquent la direction de sollicitation imposée pour le calcul des angles. Ce facteur de Schmid équivalent est donc une moyenne des facteurs de Schmid calculés en traction et en compression.

D'après les auteurs, le variant de maclage activé est en général celui avec le plus haut m_{eff}, ce qui confirme une bonne corrélation. Ils observent cependant des grains pour lesquels des variants ayant un m_{eff} plus faible, voire négatif, sont activés, ce qui indique que cet indicateur reste encore perfectible.

1.4.1.2. Déformation de l'acier 316L

1.4.1.2.1. Laminage à froid du 316L conventionnel

La déformation à froid par laminage de l'acier 316L conventionnel a été étudiée dans de nombreuses publications.

Tout d'abord, plusieurs auteurs mentionnent la formation de martensite sous contrainte à partir d'un certain taux de laminage, ce qui est cohérent avec les calculs de SFE exposés en **1.4.1.1.2**. Eskandari et al. [173] mentionnent la valeur seuil de 30% de taux de réduction d'épaisseur pour l'apparition de martensite à 273 K. Ce seuil est abaissé à 20% pour une température de 258 K. À partir de cette valeur seuil, le pourcentage volumique de martensite augmente de manière linéaire pour atteindre 15% pour 50% de laminage, et 40% pour 80% de laminage. Ces pourcentages ont tendance à augmenter pour une température d'essai plus faible. Mao et al. [165] observent une fraction de phase martensitique de 10% à 30% de laminage. Enfin, Qin et al. [175] notent également la formation et l'augmentation de la fraction de martensite avec l'augmentation du taux de laminage, fraction qu'ils évaluent à 21,5% pour 60% de laminage.

Concernant les propriétés en traction, le laminage à froid induit une augmentation des valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m mais une diminution de l'allongement à rupture du matériau comme exposé en **Figure 1.33**. Pour un taux de laminage à 20%, le $R_{p0,2}$ s'élève à 730 MPa environ, le R_m à 790 MPa et $A_{Rupture}$ à 33% [165]. Au-delà de 30% de laminage, la limite d'élasticité et la contrainte maximale sont au-dessus de 1000 MPa, au prix d'un allongement à rupture en deçà de 20%. Le laminage à froid s'accompagne d'une baisse extrêmement importante de l'écrouissabilité du matériau dès 20% de laminage.

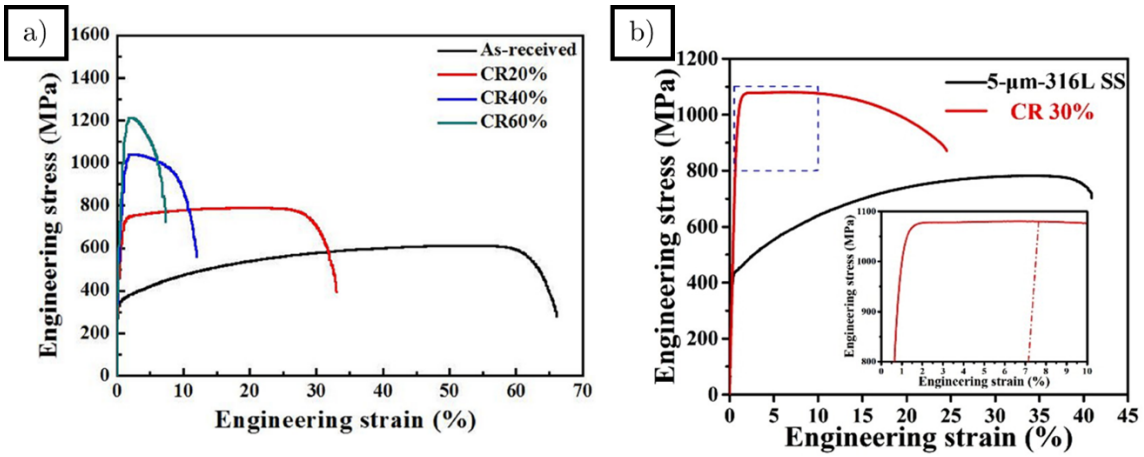


Figure 1.33 - **a)** Courbes contrainte-déformation d'un acier 316L conventionnel laminé à froid à différents taux [179].
b) Comparaison des propriétés mécaniques entre l'acier 316L brut de réception et l'état laminé à 30% [165].

Par ailleurs, Eskandari et al. [173] ont étudié les effets d'une prédéformation du matériau avant l'étape de laminage à froid. Cette prédéformation consiste à laminer l'acier au-dessus de la température de début de transition martensitique afin d'augmenter la densité de dislocations dans le matériau. L'application de cette précontrainte implique une baisse de la valeur seuil de formation de martensite sous contrainte à 10% de laminage pour une prédéformation de 7%. De même, cette prédéformation induit également une modification des propriétés en traction comme une hausse des résistances mécaniques et une baisse de l'allongement à rupture. Cette information peut être intéressante concernant le laminage à froid de l'acier 316L consolidé par L-PBF vu qu'il contient une densité de dislocations plus élevée que l'acier 316L conventionnel.

Chowdhurry et al. [180] ne remarquent pas de changement de texture cristallographique, à part une diminution de son intensité, pour l'acier 316L conventionnel jusqu'à 40% de taux de laminage. Une texture supplémentaire apparaît à partir de 40% de laminage. Elle provient de la création des multiples macles mécaniques suite à la déformation plastique.

1.4.1.2.2. Comportement microstructural de l'acier 316L L-PBF en déformation à froid

En traction, l'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF présente une plasticité par maclage importante [133,159].

Pham et al. [159] mentionnent deux mécanismes de déformation dans l'acier 316L L-PBF : le glissement des dislocations et le maclage. Ils attribuent la haute résistance mécanique de l'acier 316L L-PBF, et en particulier sa haute limite d'élasticité, à la dense population de dislocations et à la présence des sous-structures cellulaires. En effet, les murs de ces cellules peuvent agir comme des obstacles à la propagation des dislocations. La bonne ductilité du matériau est expliquée par le maclage intense que peut subir l'acier au cours de la déformation. Cette ductilité par le maclage est alors certainement suffisamment importante pour contrer la réduction de l'élongation causée par la présence de porosités ou de précipités dans l'acier consolidé. Les auteurs mentionnent également le rôle de l'azote dans la promotion du maclage, car cet élément fait baisser la SFE du matériau et limite également la formation de martensite sous contrainte. En revanche, ils ne jugent pas important l'écrouissage induit par le maclage. En effet, dans les matériaux pouvant fortement macler, l'écrouissage intervient par un mécanisme de réduction du libre parcours moyen des dislocations car les macles divisent les grains en sous-domaines. Ici, pour les aciers 316L L-PBF, la distance inter-macles varie entre 1 et 5 µm en fonction des contraintes appliquées, alors que la taille des cellules est sub-micrométrique. Cette observation est confirmée par Hong et al. [181] qui mentionnent le rôle des joints de cellules à forte densité de dislocations comme barrières au mouvement des dislocations.

Ni et al. [182] ont étudié également le comportement microstructural de l'acier 316L L-PBF en traction. À 22% de déformation, des nombreuses macles larges sont observées, mais ils ne détectent pas la présence de martensite sous contrainte. La transformation martensitique n'est observée que sur des échantillons ayant subi une déformation de 69% à température ambiante, ce qui semble cohérent avec la valeur d'énergie de défaut d'empilement plus élevée pour l'acier 316L L-PBF que pour l'acier 316L conventionnel (cf. **1.4.1.1.2**).

Enfin, Aota et al. [168] ont analysé la microstructure d'un acier 316L L-PBF laminé à 63% dans une direction orthogonale à la direction de construction. La microstructure présente de nombreuses macles mécaniques mais la forte déformation induit également la présence de martensite sous contrainte et la présence de bandes de cisaillement. Ils mentionnent que compte tenu des

nombreux défauts contenus dans la microstructure brute, un taux de laminage faible doit être appliqué pour éviter la formation de bandes de cisaillement qui sont favorables à la croissance anormale des grains après recristallisation (cf. **1.4.2.5**).

1.4.2. Traitements thermiques

1.4.2.1. Mécanismes généraux lors des traitements thermiques

Les traitements thermiques sont essentiellement utilisés pour deux situations : la restauration du matériau après déformation ou la recristallisation de celui-ci [183,184]. Ces deux procédés sont en réalité en concurrence car ils sont tous les deux régis par l'énergie stockée dans l'état déformé. Si la grande majorité de l'énergie de déformation est évacuée sous forme de chaleur, une petite partie est stockée dans le matériau sous différentes formes : augmentation de la densité de dislocations et augmentation de la surface des joints de grains.

1.4.2.1.1. La restauration

La restauration se réfère à des changements appliqués à un matériau déformé avant recristallisation dans le but de restaurer partiellement les propriétés du matériau à un état pré-déformation. Du fait des températures utilisées, la restauration ne met pas en œuvre des mouvements de joints de grains à longue distance mais influe en général sur la structure de dislocation du matériau.

D'un point de vue mécanique, elle permet de relâcher toutes les contraintes résiduelles et les contraintes internes stockées dans le matériau.

Dans le cas de matériaux très déformés, cette étape de restauration peut amener à la formation de sous-grains car la désorientation cristalline est trop importante. Ce cas peut être vu comme une sorte de recristallisation avec la formation de nouveaux joints.

1.4.2.1.2. La recristallisation

La recristallisation d'un matériau est un procédé homogène. Elle implique la création de nouveaux grains sans contrainte interne ni désorientation qui vont en général grossir pour couvrir les zones déformées. La création d'un grain recristallisé à partir d'un germe est appelée *Nucléation* ou *Initiation* de la recristallisation. En général, la recristallisation s'initie aux joints de grains.

Plusieurs paramètres influencent la recristallisation :

- Structure déformée : la structure déformée initiale a une influence sur la vitesse et la « facilité » à recristalliser. Plus la structure est déformée, plus la recristallisation sera précoce et rapide. L'augmentation de la contrainte dans le matériau induit une diminution importante de la taille du grain recristallisé. Enfin la nature de la déformation a une influence sur la recristallisation d'un matériau, notamment en modifiant la répartition de la densité de dislocations, et donc de l'énergie de déformation stockée. Une zone localement plus déformée recristallisera de manière plus précoce.
- Orientation des grains : dans le cas d'un mono-cristal, la quantité d'énergie stockée après déformation dépend des systèmes de glissement activés et donc de son orientation cristalline. Dès lors, la recristallisation peut être dépendante de la texture cristallographique du matériau étudié. Humphreys et al. [184] mentionnent que, dans le fer, la texture $\langle 110 \rangle$ a tendance à recristalliser plus facilement. La recristallisation peut être alors inhomogène à cause de ces variations de vitesse de recristallisation.

- Taille de grains : les microstructures fines sont susceptibles de recristalliser plus rapidement. Plusieurs facteurs peuvent l'expliquer comme l'augmentation de la densité de joints de grains, facteur qui semble le plus important.

Deux paramètres sont importants pour la recristallisation : la température de traitement et le temps de maintien cette température. Il existe une correspondance entre la température et le temps de maintien, régie par une loi d'Arrhénius dans la mesure où un état de recristallisation donné peut être atteint avec une température de traitement plus faible et un temps de maintien plus long (cf. **Figure 1.34**). Mais la température reste le facteur ayant le plus d'influence sur l'initiation et l'évolution de la recristallisation.

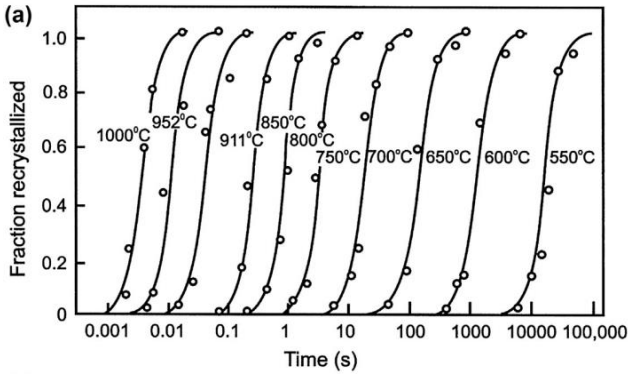


Figure 1.34 - Effet de la température de traitement sur la recristallisation d'un alliage Fe-3,5%Si déformé à 60% [184].

À l'issue de la recristallisation, la microstructure finale peut présenter une texture cristallographique. Les grains recristallisés ont une morphologie isotrope dans la grande majorité des cas. Des macles dites « thermiques » peuvent apparaître au cours de la recristallisation.

1.4.2.1.3. Croissance de grains

La croissance des grains au cours d'un traitement thermique suit la plupart du temps la recristallisation. Plusieurs facteurs influencent cette croissance de grains :

- La température : la croissance de grains implique une mobilité de joints de grains à fort angle de désorientation. La cinétique de migration est fortement dépendante de la température de traitement.
- Les particules de secondes phases : les phénomènes d'épinglage ou d'ancrage de Smith-Zener des joints de grains par des particules de secondes phases sont les principaux inhibiteurs de la croissance de grains. Cet épinglage ne concerne que les particules stables dont la taille doit être très grande devant l'épaisseur de l'interface mais négligeable devant la taille d'un grain. Dans ce cas, il est possible de fixer une taille de grain limite qui ne dépend que des particules de secondes phases, où r est le rayon moyen de ces particules et f la fraction volumique de particules :

$$R_p = \frac{4r}{3f} \qquad \textbf{(5)}$$

- La texture cristallographique : un matériau fortement texturé contient forcément une large fraction de joints de grains à faible désorientation de faible énergie. Cette fraction réduit alors la force motrice de la croissance de grains.

1.4.2.2. Évolution microstructurale de l'acier 316L L-PBF au cours de différents traitements thermiques

Différentes températures de traitement thermique ont été étudiées dans la littérature avec chacune ayant des effets différents sur la microstructure.

1.4.2.2.1. Traitements jusqu'à 700°C

Jusqu'à 650°C, les traitements thermiques sont essentiellement des traitements permettant la relaxation des contraintes résiduelles induites par le procédé de fabrication sans modification de la microstructure brute [147,185–187]. Les temps de maintien mentionnés dans la littérature sont de l'ordre de la centaine d'heures pour des traitements entre 500 et 600°C, et de l'ordre de quelques heures à 650°C. Chao et al. [188] ont montré que 65% des contraintes internes ont été éliminées lors d'un traitement de 2h à 650°C. Ce traitement ne s'est pas accompagné de précipitation de carbures de type $M_{23}C_6$, qui est observée classiquement dans l'acier 316L conventionnel.

Une homogénéisation chimique partielle du matériau est atteinte après un traitement de plusieurs heures à 700°C. En effet, Voisin et al. [147] ont montré par des calculs CALPHAD que la concentration en Cr et Mo dans les murs de cellules de solidification diminue de 20% pour un traitement de 1h. Lors d'un traitement long de 100h, une baisse de la densité de dislocations est notée, ainsi que la précipitation de carbures $M_{23}C_6$ et de siliciures de molybdène aux joints à forte désorientation et aux murs de cellules [187].

1.4.2.2.2. Traitements jusqu'à 900°C

Les traitements à 800°C d'une durée d'environ 1h permettent l'obtention d'une microstructure quasi homogénéisée chimiquement [147]. Le passage à 2h permet d'achever cette homogénéisation [187]. Néanmoins, une précipitation de phase σ est constatée à partir de 2h de maintien [187,188]. La fraction volumique de phase σ augmente de 1% pour 10h de maintien à 4% pour un traitement d'une centaine d'heure [187]. Enfin le traitement à 800°C pendant 5h d'une microstructure consolidée à partir de la poudre Praxair aboutit à la disparition de la sous-structure cellulaire [35]. La présence de précipités riches en Cr et Mo a été observée aux joints de grains.

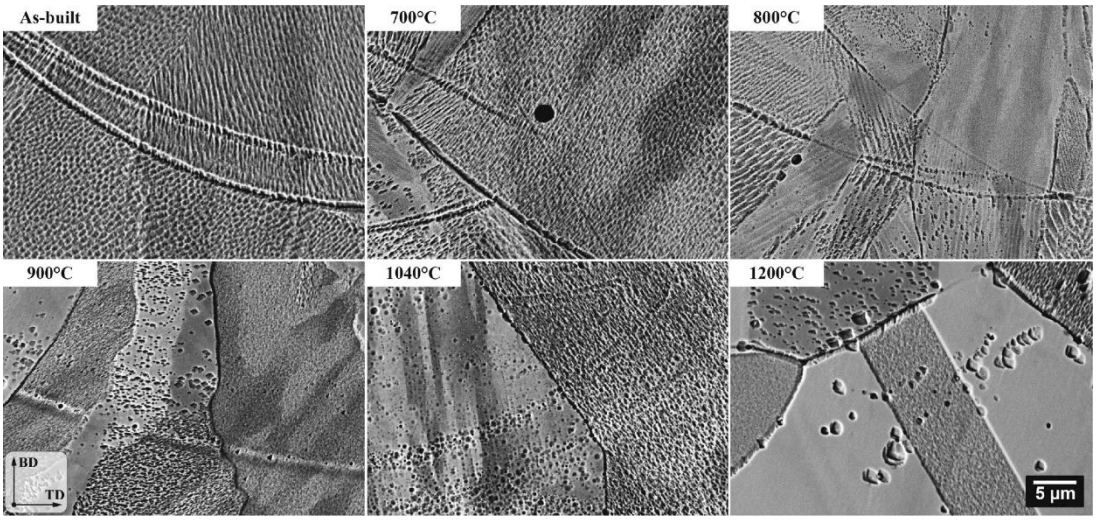


Figure 1.35 - Microstructures observées au MEB-SE de l'acier 316L L-PBF à l'état brut de fabrication et traité thermiquement à différentes températures pendant 1h [57].

La modification de la température de traitement à 900°C permet l'homogénéisation chimique totale de la microstructure [147]. Un traitement à 900°C pendant 1h amène à une disparition complète de la sous-structure cellulaire de solidification [57]. Le principal avantage d'un traitement effectué à 900°C est l'absence de précipitation de phase σ.

En revanche, Hong et al. [181] mentionnent plutôt une variation de la taille des cellules de solidification lors des traitements thermiques à partir de 500°C, et non leur disparition. La moyenne de cette taille baisse de 0,57 ± 0,07 µm à 0,40 ± 0,13 µm entre l'état brut et un état traité à 950°C pendant 1h. Elle réaugmente à 0,64 ± 0,12 µm pour un état traité à 1100°C pendant 1h, avec 31% en volume des cellules ayant une taille dépassant 0,75 µm. Ils notent une baisse drastique de la densité de dislocations aux joints de cellules.

1.4.2.2.3. Traitements entre 1000 et 1200°C – Recristallisation

Le but principal de ces traitements thermiques est d'obtenir la recristallisation, partielle ou totale, de la microstructure. D'une manière générale, l'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF recristallise plus difficilement que l'acier 316L conventionnel [189]. Comme présenté dans le **Tableau 1.7**, la recristallisation débute pour une température proche de 1100°C. Elle est complète pour un TTH de 1200°C pendant une à deux heures.

Les cinétiques et la stabilité de la microstructure brute sous traitement thermique sont encore mal connues.

Référence	Traitements effectués	État de la recristallisation
A. Chniouel [5]	1100°C – 3h – 1800 bar (SLM)	Complète
	1100°C – 3h – 1800 bar (Praxair)	Pas de recristallisation
Kong et al. [146]	1050°C, 1200°C – 0,5 à 2h	Quasi complète pour 1200°C – 2h
Fonda et al. [185]	1000°C, 1100°C, 1200°C – 1h	1100°C – 1h : Début de recristallisation 1200°C – 1h : Quasi complète
Ronneberg et al. [57]	1040°C, 1200°C – 1h	Recristallisation entre 1040°C et 1200°C
Voisin et al. [147]	1000°C, 1100°C, 1200°C – 1h	Recristallisation entre 1100°C et 1200°C
Chao et al. [188]	1100°C – 0,5 et 8h	1100°C – 0,5h : Pas de recristallisation 1100°C – 8h : 95% de recristallisation
Cui et al. [190]	1100°C, 1200°C – 10 et 40 min	1200°C – 40min : 90% de recristallisation

Tableau 1.7 - Tableau comparatif de différents traitements thermiques et leur effet sur l'état de recristallisation du 316L L-PBF.

Plusieurs hypothèses ont été mentionnées pour expliquer ces différences :

- Faible densité de dislocations présente dans le matériau brut de fabrication [191].
- Présence de ségrégations chimiques qui peuvent stabiliser les cellules de dislocations et de précipités nanométriques qui peuvent agir par effet d'ancrage sur la mobilité des joints de grains [150,188].

Un autre résultat important à remarquer est la stabilité surprenante de l'acier 316L consolidé à partir de la poudre Praxair lors d'un traitement thermomécanique par CIC à 1100°C [5].

Enfin, Hong et al. [181] mentionnent un changement de comportement en déformation pour les microstructures recristallisées, qui se rapproche d'un acier 316L conventionnel. Ce changement se manifeste essentiellement par une accentuation du phénomène de maclage pour l'acier L-PBF traité, avec une augmentation de la surface maclée.

1.4.2.3. Évolution des précipités à haute température

Un maintien à haute température d'un acier 316L L-PBF a un impact sur les précipités sphériques mentionnés en **1.3.2.2.4**.

Tout d'abord, une coalescence des précipités a été observée pour un traitement à 1200°C pendant 30 minutes [150]. Elle se caractérise par une augmentation de la taille moyenne des particules et une diminution de leur nombre. Cette observation est confirmée par Voisin et al. [147]. Si le traitement thermique se poursuit en augmentant le temps de maintien, la précipitation de particules de forme prismatique a été observée, soit après un traitement à 1200°C pendant 1h [150], soit après un traitement thermique à 1100°C pendant 8h [188]. Ces précipités sont de structure spinelle et ont été identifiés comme des oxydes de composition $MnCr_2O_4$. Yan et al. [150] supposent que ces nouvelles particules prismatiques proviennent d'un changement de phase des nano-oxydes sphériques car l'augmentation du nombre de ces particules est concomitante à la chute de la population de précipités sphériques. Les précipités subissent alors une coalescence dans un premier temps, suivie d'un changement de phase pour passer à une structure spinelle, qui est lui-même suivi d'une nouvelle étape de coalescence (cf. **Figure 1.36**).

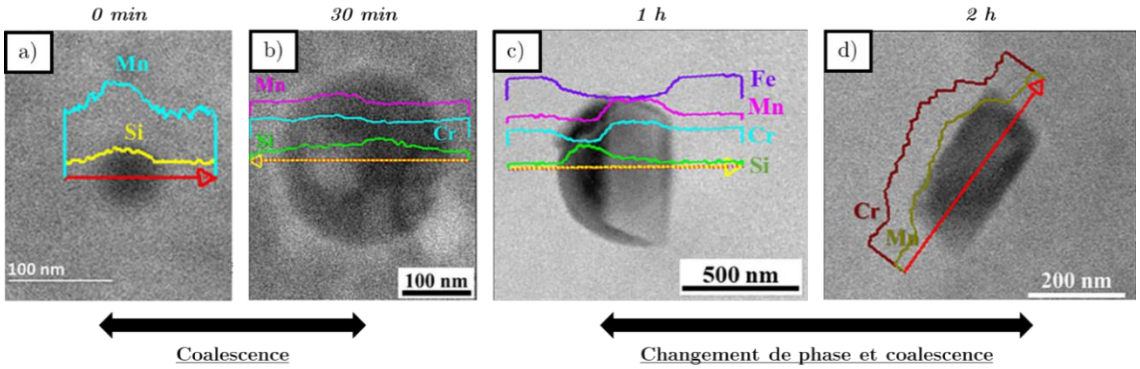


Figure 1.36 - Évolution des précipités nanométriques d'un acier 316L L-PBF en fonction du temps de traitement à 1200°C (d'après [150]).

Un article publié en février 2022 par Deng et al. [192] offre un éclairage supplémentaire sur cette transition de phase. En effet, ils montrent plusieurs points :

- La coalescence rapide des nano-précipités lors des premiers instants de la recristallisation est attribuée aux interactions entre les joints de grains et les oxydes par diffusion le long de ces joints.
- Dans les grains non-recristallisés, la coalescence aux basses températures est contrôlée par la diffusion le long de joints de grains. Elle est toutefois moins intense que dans les grains recristallisés. À des températures plus élevées que 1065°C, la coalescence est essentiellement due à la diffusion à travers la maille cristalline, même si la diffusion le long des joints reste importante.

- La recristallisation a un impact fort sur la transition de phase. En effet sans recristallisation, les oxydes de type $SiMnO_3$ sont complètement transformés en oxydes de type $MnCr_2O_4$ (ils mentionnent $CrMn_2O_4$ en citant Yan et al., donc il s'agit certainement d'une erreur). En revanche, un traitement thermique similaire avec recristallisation favorise la formation de gros précipités riches en silicium, dont $SiMnO_3$. Ils supposent que la transition de phase est alors gouvernée par des paramètres locaux, notamment la concentration locale de Si. En effet, la recristallisation améliore la diffusivité des éléments le long des joints de grains. Comme le silicium a une diffusivité importante, la concentration locale de cet élément devient trop importante et la transition vers $MnCr_2O_4$ devient défavorable.

1.4.2.4. Évolution des propriétés mécaniques

Comme exposé en **1.4.2.2.1**, les traitements thermiques à relativement basses températures, entre 650°C et 900°C, ont essentiellement pour effet de relaxer le matériau. Les contraintes résiduelles n'existant plus, la limite d'élasticité baisse par rapport au matériau brut de fabrication. Cette baisse entraîne un retour de l'écrouissage lors d'un essai de traction. En revanche, ces traitements n'affectent pas les propriétés en rupture de l'acier car les résistances à la traction et l'allongement à rupture restent comparables [57,181,188]. Ces résultats ont également été observés sur l'acier consolidé Praxair [5,35]. Dryepondt et al. [35] mentionnent une chute globale des propriétés mécaniques lorsque les essais de traction sont réalisés à hautes températures, comme exposé en **Figure 1.37**.

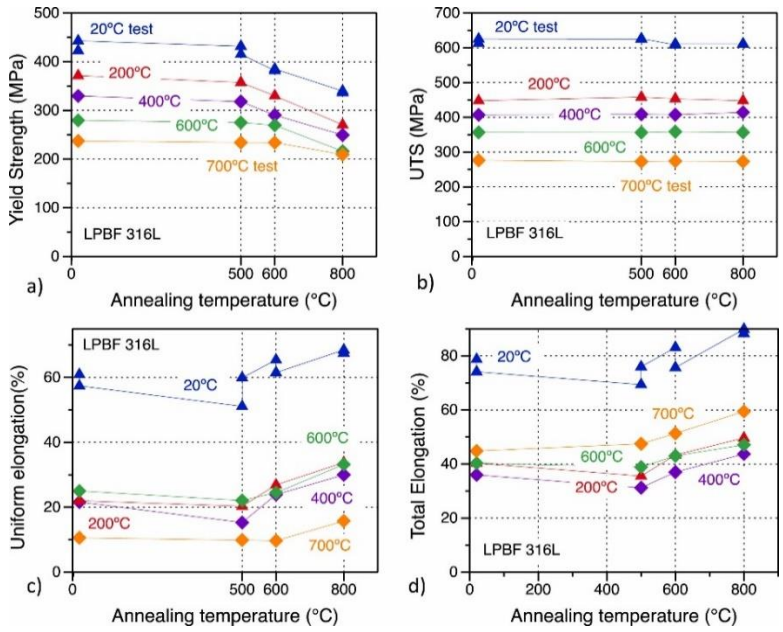


Figure 1.37 - Effet de la température de recuit sur les propriétés en traction du 316L L-PBF Praxair dans la direction de construction [35].

À plus hautes températures de traitement, la recristallisation du matériau a essentiellement pour effet de faire disparaître l'anisotropie de comportement mécanique [5,57]. Ronneberg et al. [57] notent cependant une forte anisotropie persistante concernant l'allongement maximal à rupture du fait de la présence de porosités, qui sont restées inchangées.

Les propriétés mécaniques du 316L L-PBF retombent même au niveau d'un acier 316L conventionnel, sous réserve d'absence de porosités. La coalescence de précipités mentionnée

précédemment a été identifiée comme facteur important qui peut causer une réduction drastique de la ductilité du matériau en traction [188].

1.4.2.5. Évolution microstructurale de l'acier 316L au cours d'un cycle laminage à froid – traitement thermique

L'application d'un cycle comprenant une forte déformation à froid suivie d'un traitement thermique est très utilisée dans l'industrie pour affiner la microstructure d'un acier austénitique. Dans la littérature, plusieurs auteurs ont étudié ce phénomène sur l'acier 316L conventionnel [173,193–195]. Dans la majorité des articles, les auteurs déforment l'acier 316L de telle façon à obtenir des zones de martensite sous contrainte, puis font un traitement thermique pour retransformer les zones martensitiques en austénite et recristalliser. L'effet essentiellement voulu est l'obtention d'une microstructure recristallisée extrêmement fine grâce à la transformation inverse de la martensite et l'adjonction de nombreux défauts par le laminage à froid. Herrera et al. [195] ont montré que pour un acier 316L conventionnel laminé à froid à 90%, la température d'austénitisation de la martensite est de 550°C et celle de recristallisation de 700°C. Donc, la déformation à froid a également pour effet de diminuer la température nécessaire pour initier la recristallisation du matériau. Toutefois, comme le montrent Kheiri et al. [194], la durée du traitement ne doit pas être trop longue car une fois la recristallisation effectuée, l'énergie supplémentaire apportée à la microstructure entraîne un grossissement de grains qui n'est pas forcément voulu selon les applications (cf. **Figure 1.38**).

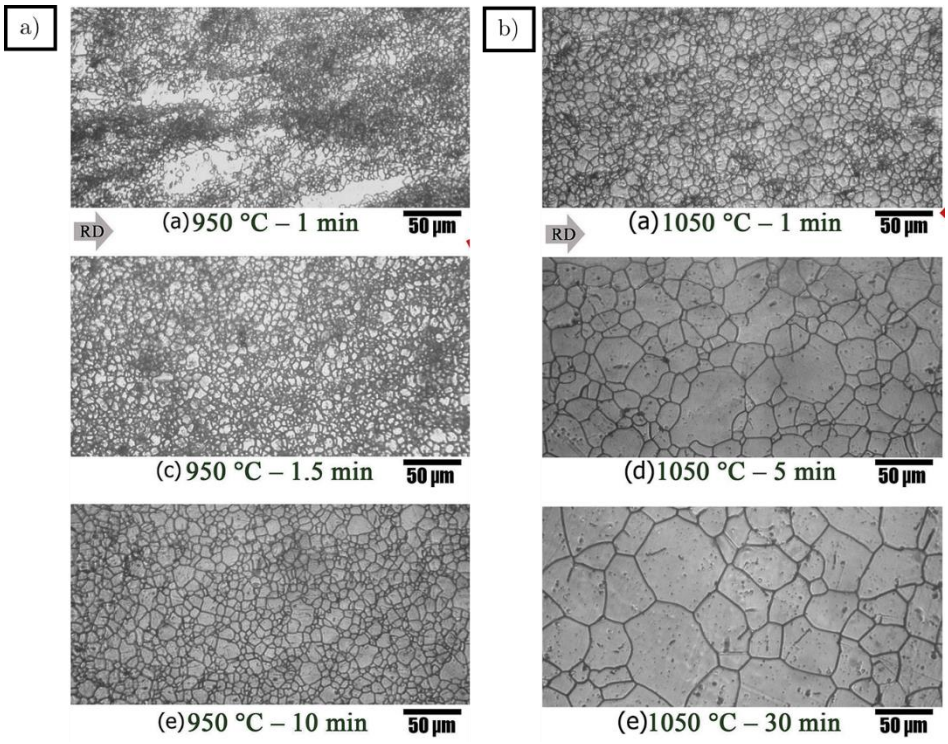


Figure 1.38 - **a)** Microstructure d'un acier 316L laminé à 70% après différentes durées de traitement thermique à 950°C [194].
b) Microstructure d'un acier 316L laminé à 70% après différentes durées de traitement thermique à 1050°C [194].

Dans le cas de l'acier 316L consolidé par L-PBF, seule une équipe a étudié son traitement thermomécanique [168]. L'acier 316L L-PBF a été laminé à 63% de réduction d'épaisseur dans une direction orthogonale à la direction de construction. Il a été par la suite traité thermiquement à 1150°C

pour des durées variant de 15 minutes à 8 heures. Une recristallisation complète a été observée après 15 minutes de traitement thermique. Les auteurs séparent les grains recristallisés en trois groupes : des zones de grains recristallisés fins, des zones de grains recristallisés « normaux » et des grains anormaux, qui subissent une croissance anormale. La stabilité des grains fins avec l'augmentation de la durée de traitement thermique est expliquée selon eux par la présence accrue de particules de phases secondaires qui viennent épingler les grains et bloquer leur croissance. Ils exposent le rôle prépondérant des bandes de cisaillement dans la croissance anormale de certains grains. En effet, les particules d'oxydes sont fragmentées ou dissoutes le long des bandes de cisaillement (53 nm de taille moyenne) ; et de fait, l'absence de ces particules favorise la formation de grains anormaux le long de ces bandes. Dans le reste de la matrice, les particules sont inchangées (69 nm de taille moyenne) et participent à la nucléation de nouveaux grains et leur épinglage par effet Zener-Smith. Ils observent également que les grains ayant une orientation $\langle 110 \rangle$ dans la direction de construction ont une tendance à recristalliser plus rapidement et correspondent à 84% des grains anormaux. Ils l'expliquent par la recristallisation favorisée le long des bandes de cisaillement à cause de la concentration de contraintes et de défauts à ces endroits. L'orientation $\langle 110 \rangle$ provient du fait que la majorité des bandes de cisaillement possède cette orientation et que les grains recristallisés la récupèrent. Cette orientation vient s'ajouter à la forte texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD* du matériau brut de consolidation.

1.5. Synthèse de l'état de l'art

L'étude présentée dans cette thèse s'inscrit dans une optique d'analyse plus large des possibilités d'inclusion des technologies de fabrication additive dans le catalogue des procédés conventionnels de mise en forme. Cette thématique a déjà été abordée par plusieurs équipes, notamment concernant le forgeage à chaud de l'acier 316L L-PBF ou la compression à chaud d'ébauches en alliage Ti-6Al-4V. D'une manière plus pratique, l'application visée est la simplification du procédé de production des tubes hexagonaux du démonstrateur ASTRID en produisant des ébauches de forme hexagonale par le procédé de fusion laser sur lit de poudre L-PBF puis en les déformant à froid, par laminage par exemple. Dès lors, l'analyse des propriétés microstructurales et mécaniques après laminage à froid de la nuance 316L L-PBF semble intéressante dans le cadre de cette étude pour des déformations compatibles à une production préindustrielle (20%).

La technologie L-PBF semble prometteuse et est déjà utilisée pour la production en série de certaines pièces dans l'industrie. Elle présente l'avantage principal de permettre de construire des pièces aux géométries complexes en une seule étape. Les pièces produites par ce procédé ne sont malheureusement pas exemptes de défauts inhérents à celui-ci comme la porosité ou la présence de fortes contraintes résiduelles. L'optimisation des paramètres procédés est incontournable pour améliorer les propriétés des ébauches consolidées.

Concernant l'acier 316L consolidé par L-PBF, la microstructure brute de fabrication est hétérogène et hiérarchique. Elle est constituée dans la grande majorité des cas de grains colonnaires et présente une forte texture cristallographique la direction de construction. À cela s'ajoute une sous-structure cellulaire composée de cellules de solidification et de cellules de dislocations qui sont en général confondues. Enfin des oxydes de taille nanométrique sont dispersés dans la matrice. Ils proviennent de l'oxygène contenu dans la chambre de construction et dans la poudre initiale. Ces spécificités microstructurales ont un impact conséquent sur les propriétés mécaniques avec une augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale du matériau et une forte anisotropie de comportement. Pour autant, la ductilité du matériau reste comparable à celle d'un acier 316L conventionnel grâce au fort maclage observé en déformation. La déformation à froid de l'acier 316L L-PBF induit des structures de déformation similaires aux aciers austénitiques inoxydables à savoir du glissement de dislocation et du maclage mécanique intense. La faible écrouissabilité de ce matériau provient essentiellement des importantes contraintes résiduelles qui peuvent pré-contraindre celui-ci, et du réseau de cellules de dislocations qui peuvent empêcher le mouvement de nouvelles dislocations. Plusieurs traitements thermiques ont été étudiés pour cette nuance. Néanmoins deux traitements sont à retenir :

- Le traitement thermique de relaxation et d'homogénéisation de la microstructure aux alentours de 900°C qui permet la relaxation des contraintes internes et la disparition des cellules de solidification
- Le traitement thermique de recristallisation entre 1100°C et 1200°C qui vise à recristalliser complètement la microstructure initiale.

Si l'impact du traitement thermique d'homogénéisation sur les propriétés en traction ne se limite qu'à une baisse de la limite d'élasticité, la recristallisation de la microstructure provoque une

perte de la spécificité issue de la consolidation par L-PBF avec l'alignement des caractéristiques mécaniques avec celles de l'acier 316L conventionnel et la perte de l'anisotropie de comportement.

Les paramètres procédés influent sur les propriétés microstructurales et mécaniques. La poudre utilisée en premier lieu a également une influence importante comme le montre la consolidation par L-PBF d'une poudre atomisée sous argon. Elle présente une microstructure fine, sans texture cristallographique préférentielle. La morphologie des grains varie en fonction des auteurs entre une forme équiaxe et une forme faiblement lenticulaire. Les propriétés mécaniques n'exhibent aucun caractère anisotrope conformément aux propriétés microstructurales. L'étude d'un traitement thermique de recristallisation montre une stabilité accrue de la microstructure brute de fabrication, augmentant la température de recristallisation par rapport aux autres aciers 316L consolidés par L-PBF.

La déformation par laminage à froid de l'acier 316L L-PBF n'a été étudiée que très récemment par une équipe. Ils ont montré que le laminage à 63% dans un sens orthogonal à la direction de construction provoque l'apparition de glissements de dislocation, de macles mécaniques et de bandes de cisaillement.

De nombreuses études concernent le laminage à froid de l'acier 316L conventionnel. Elles montrent l'apparition de martensite sous contrainte à partir de 30% de laminage en général. Enfin, le laminage à froid sous haute déformation est essentiellement utilisé sur l'acier 316L couplé avec un traitement thermique de recristallisation. L'objectif ici est d'affiner la microstructure par un traitement thermique de recristallisation qui va permettre la germination de nombreux grains grâce aux défauts induits dans la microstructure par la déformation à froid et la conversion des zones martensitiques en grains austénitiques de faibles dimensions. Ce traitement thermomécanique a été étudié par une équipe pour l'acier 316L consolidé par L-PBF. Ils observent également un affinement de grains mais également une croissance anormale de grains.

L'analyse de l'effet des traitements thermiques pour l'acier 316L L-PBF est intéressante, d'autant plus que le laminage à froid avant traitement peut amener à un affinement de grains supplémentaire, en particulier vis-à-vis de la microstructure fine mentionnée précédemment.

Enfin, l'analyse des structures de déformation comme le glissement ou le maclage peut apporter une information importante sur des directions favorables pour le laminage à froid étant donné que la microstructure brute peut être fortement texturée. Elle peut permettre également d'expliquer le comportement en traction de ces matériaux.

2. Méthodes expérimentales

Cette partie traite à présent des méthodes expérimentales mises en œuvre au cours de cette thèse. Le matériel utilisé y est décrit ainsi que les poudres qui ont été consolidées par fabrication additive L-PBF. Les plans d'expérience et les différents choix sont expliqués et justifiés en détail au début des parties correspondantes.

2.1. Production des ébauches en acier inoxydable 316L par consolidation par le procédé L-PBF

Afin de mener cette étude, différentes ébauches en acier inoxydable 316L ont été fabriquées par le procédé L-PBF. Pour ce faire, et à la lumière de l'analyse bibliographique, deux poudres 316L ont été utilisées, ainsi que deux machines L-PBF qui sont présentes sur la plateforme SAMANTA du SEARS/LISL au CEA Paris-Saclay : la TruPrint série 1000 commercialisée par Trumpf GmbH + Co. KG et la SLM 280_{HL} commercialisée par SLM Solutions GmbH.

2.1.1. Informations générales

2.1.1.1. Rappel général sur le procédé

Comme expliqué dans l'état de l'art en **1.2.2.1**, le procédé L-PBF se décompose en plusieurs étapes, comme exposé en **Figure 1.7** :

- Dépôt d'une couche de poudre métallique ayant une épaisseur précise sur le lit de poudre.
- Fusion locale de la poudre à l'aide d'un faisceau laser, en général Ytterbium. Les régions fondues correspondent aux zones identifiées en amont lors de la réalisation de la pièce en CAO (détaillé en **2.1.1.3**)
- Abaissement du plateau de construction d'une distance égale à une épaisseur de couche de poudre pour recommencer ce cycle.

Si cet enchaînement de phases est commun à toutes les machines de production L-PBF, des différences peuvent pourtant être notées, en particulier concernant le moyen de mise en couche de la poudre. Ces particularités sont exposées en **2.1.2.1** et **2.1.3.1**. La pièce est ainsi construite couche par couche, sous une atmosphère d'argon pour éviter tout phénomène d'oxydation. Le flux d'argon permet également d'évacuer les scories de fusion, qui sinon se redéposeraient dans le lit de poudre ou sur la pièce en cours de consolidation.

2.1.1.2. Poudres utilisées

Dans le cadre de cette thèse, deux poudres de nuance 316L ont été utilisées, l'une produite par la société SLM Solutions GmbH, l'autre produite par Praxair Inc. Ces deux poudres, ainsi que l'acier consolidé correspondant, sont par conséquent dénommés respectivement par les noms SLM et Praxair.

Le choix de ces deux poudres en particulier est notamment guidé par les différentes microstructures brutes de fabrication exposées en partie dans la thèse d'Aziz CHNIOUEL [5]. Les caractéristiques des poudres seront mentionnées en **3.1**.

Ces poudres subissent plusieurs traitements avant et après fabrication, comme indiqués en **Figure 2.1**. Un mélange aux proportions non contrôlées de poudre neuve et de poudre récupérée a été utilisé pour les différentes constructions. Le recyclage des poudres est toujours un sujet en cours d'investigation dans le domaine de la fabrication additive, la possibilité ou non de réutiliser les poudres non fondues déterminant la viabilité économique du procédé pour certaines applications (cf. **1.2.3.3**). Si les études actuelles sur le recyclage des poudres 316L après L-PBF montrent que les propriétés de la poudre recyclée sont altérées par rapport à la poudre neuve, en particulier concernant leur teneur en oxygène, elles ne notent pas de dégradation des propriétés mécaniques des ébauches élaborées [91,196]. En particulier, Delacroix et al. [91] ont montré que la micro-dureté et les propriétés en traction restent stables jusqu'à 14 cycles. En revanche, une baisse de 10% de la taille moyenne de grains après 7 cycles est à noter. Pour notre étude, les effets du recyclage des poudres sont limités par les ajouts successifs de poudre neuve au fil des constructions afin de garder une quantité de poudres suffisante.

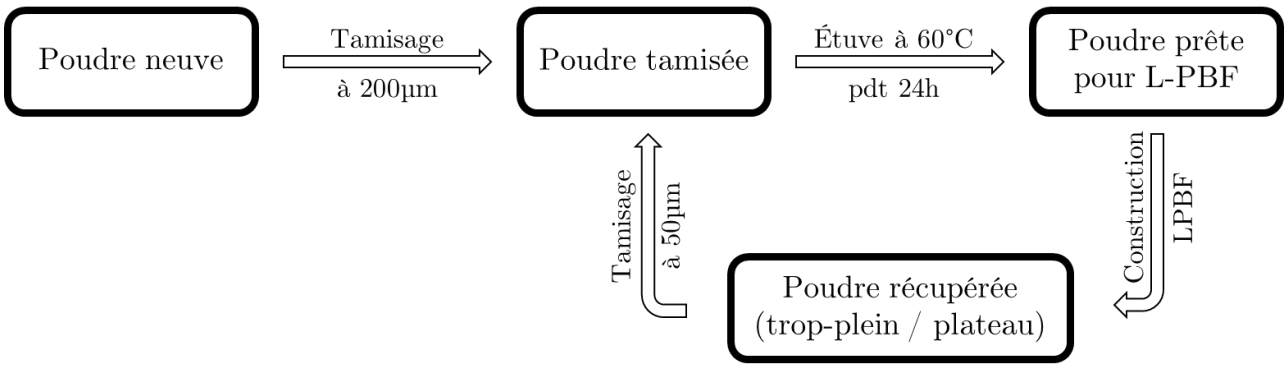


Figure 2.1 - Traitement et recyclage de la poudre avant et après fabrication additive

Avant fabrication additive, les poudres 316L sont mises à l'étuve pendant 24h à 60°C afin d'éliminer leur humidité qui peut affecter leur coulabilité (**1.2.3.1.1**). Elles sont ensuite introduites dans les réservoirs des machines de fabrication.

À la fin, ou même en cours de fabrication dans certains cas, la poudre non fondue peut être récupérée de deux manières :

- Elle peut être récupérée à partir des réservoirs de trop-pleins de la machine. En effet, plus de poudre que nécessaire est utilisée à chaque étalement afin de garantir une couche uniforme en épaisseur.
- Elle peut être récupérée à la fin de la construction sur le plateau lorsque la pièce construite est sortie de la machine.

Cette poudre récupérée contient alors des scories issues du procédé L-PBF ayant un diamètre pouvant dépasser les 100 µm. Ces scories, si elles sont réutilisées, peuvent a minima altérer la qualité du lit de poudre par leur taille ou les propriétés finales de la pièce [91]. Mais elles peuvent également endommager les éléments de la machine permettant la mise en couche (cf. **2.1.3.1**). Pour éviter ces désagréments, les poudres récupérées sont tamisées avec un tamis à 50 µm. Les tamis mentionnés sont utilisés sur une station vibrante de tamisage Retsch AS 300. La poudre tamisée peut alors reprendre

le cycle de construction ; de la poudre neuve est ajoutée régulièrement entre chaque construction comme mentionné précédemment.

2.1.1.3. Conception en amont des pièces par CAO (Conception Assistée par Ordinateur)

Dans un premier temps, les pièces sont conçues et modélisées en amont par Conception Assistée par Ordinateur (CAO). Le logiciel de CAO utilisé à cet effet est le logiciel *Magics*, développé par Materialise. Ce logiciel permet en premier lieu de définir précisément la forme de la pièce à construire, ainsi que les emplacement et orientation de celle-ci sur le plateau de construction comme exposé en **Figure 2.2**.

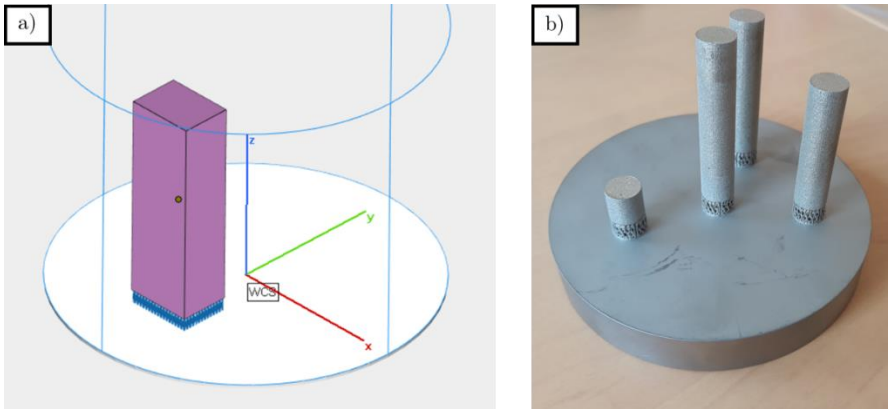


Figure 2.2 - **a)** Capture d'écran du logiciel *Magics* comprenant le modèle d'une ébauche sur un plateau de construction de Trumpf TruPrint série 1000.
b) Plateau et pièces issues d'une construction par L-PBF sur la machine TruPrint série 1000.

Magics permet également de modéliser et de définir finement les supports de construction, en bleu sur la **Figure 2.2 a)**. Ces supports sont importants pour le maintien de la pièce sur le plateau de construction et pour les propriétés thermiques en cours de fabrication afin d'évacuer la chaleur entraînée par la fusion de la poudre. Une non-optimisation de ces supports peut entraîner un arrêt prématuré de la construction comme cela sera exposé en **2.1.4**.

Outre les aspects géométriques des pièces, *Magics* permet, avec l'outil *Build Processor*, de définir les paramètres pour la consolidation par L-PBF comme la puissance du laser, la vitesse de balayage, le hatch-distance (HD) ou encore la stratégie de balayage. Ces paramètres peuvent être différents entre les supports et la pièce proprement dite. Cependant, cette thèse n'a pas pour but d'optimiser totalement ces paramètres. Dès lors, les paramètres machines, qui seront explicités en **2.1.2.2** et **2.1.3.3** pour chacune des machines utilisées, ont été développés en grande partie en amont de la thèse par Aziz Chniouel [5], Olivier Hercher et SLM Solutions GmbH. Des modifications mineures ont été apportées en début de thèse lors d'essais préliminaires sur des barreaux en acier 316L comme exposé en **Figure 2.2 b)**. En revanche, les paramètres de construction sont communs sur la machine SLM 280^{HL} aux deux poudres utilisées ici.

L'outil *Build Processor* est développé spécifiquement pour un type de machine particulier et prend en compte les capacités propres de chacune d'elles. Une fois ces paramètres fixés, le logiciel *Magics* effectue une étape dite de « slicing » à l'issue de laquelle est obtenu un fichier final qui code les mouvements du faisceau laser couche par couche selon la stratégie de balayage.

2.1.1.4. Préparation des plateaux et premières couches

La préparation des plateaux de construction avant consolidation est primordiale pour avoir une bonne adhérence des pièces et des supports au plateau et ainsi une consolidation réussie.

Les plateaux, dans l'état brut provenant de l'usineur, ont un état de surface très lisse. Ainsi, la poudre ne peut s'étaler uniformément et glisse le long du plateau lors de la première couche. L'objectif est alors d'augmenter la rugosité du plateau par sablage, ici avec des grains de corindon brun de 280 à 500 µm.

La première couche de poudre est déposée « manuellement » à l'aide du racleur avant le lancement de la procédure de consolidation. Celle-ci subit le passage du laser deux fois d'affilée pour garantir la bonne attache du matériau consolidé sur le plateau.

Les éléments exposés jusque-là sont assez généraux et sont communs à l'utilisation des deux machines mentionnées. Les deux sous-sections suivantes présentent leurs caractéristiques spécifiques ainsi que les pièces qui ont été consolidées.

2.1.2. Machine L-PBF TruPrint série 1000

2.1.2.1. Présentation de la machine

La TruPrint série 1000 (**Figure 2.3**) est une machine L-PBF de petit format disposant d'un volume de construction réduit de 100 mm de diamètre et de 100 mm de hauteur. Elle est très adaptée pour les changements rapides de matériaux, le processus de nettoyage étant facilité.

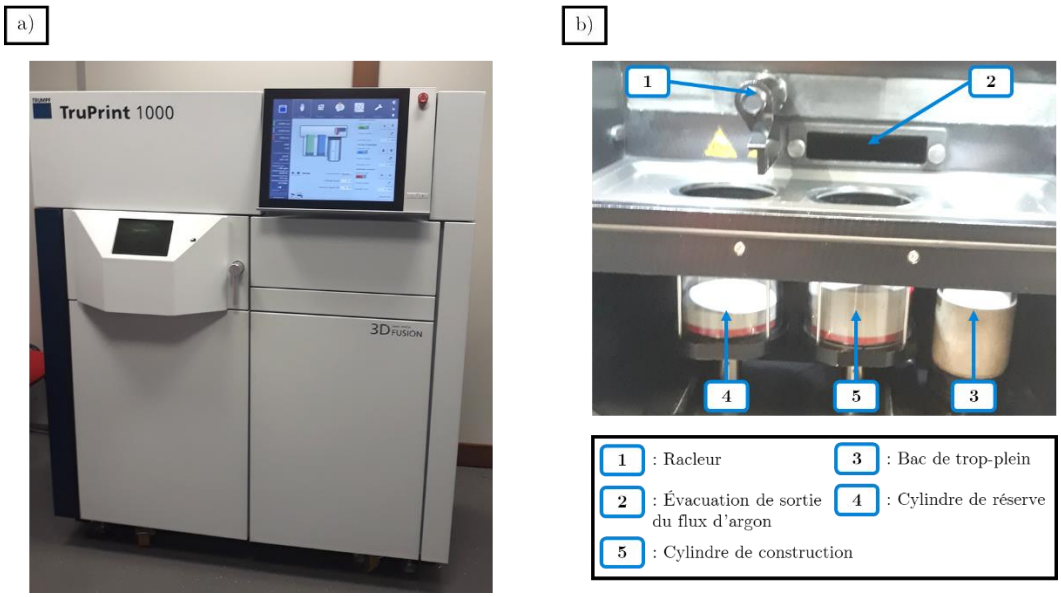


Figure 2.3 - **a)** Vue extérieure de l'imprimante L-PBF Trumpf TruPrint série 1000.
b) Chambre de construction de la machine.

La machine est équipée d'un laser Ytterbium ayant une longueur d'onde de 1070 nm, un diamètre de faisceau de 55 µm dans la zone focalisée et une puissance maximale pouvant s'élever à 200 W. Les constructions sont effectuées sur un plateau à température ambiante, cette machine ne disposant pas de plateau chauffant contrairement à la SLM 280_{HL}. L'ensemble de la construction se fait sous atmosphère et flux d'argon, avec un taux d'oxygène maximal de 100 ppm.

Cette imprimante est composée de trois cylindres comme indiqué en **Figure 2.3 b)** et schématisé en **Figure 2.4 b)** :

- La poudre tamisée et étuvée qui sert de matière première est déposée dans le cylindre de réserve à gauche. La quantité de poudre à introduire est calculée automatiquement par la machine après avoir indiqué le nombre de couche, l'épaisseur de couche et l'excédent de poudre nécessaire pour assurer une bonne mise en couche.
- Dans le cylindre central se trouve le plateau de construction, qui est un substrat en acier 316L de diamètre 100 mm.
- La poudre excédentaire après la mise en couche est récupérée dans le cylindre de droite, qui est communément nommé « bac de trop-plein ».

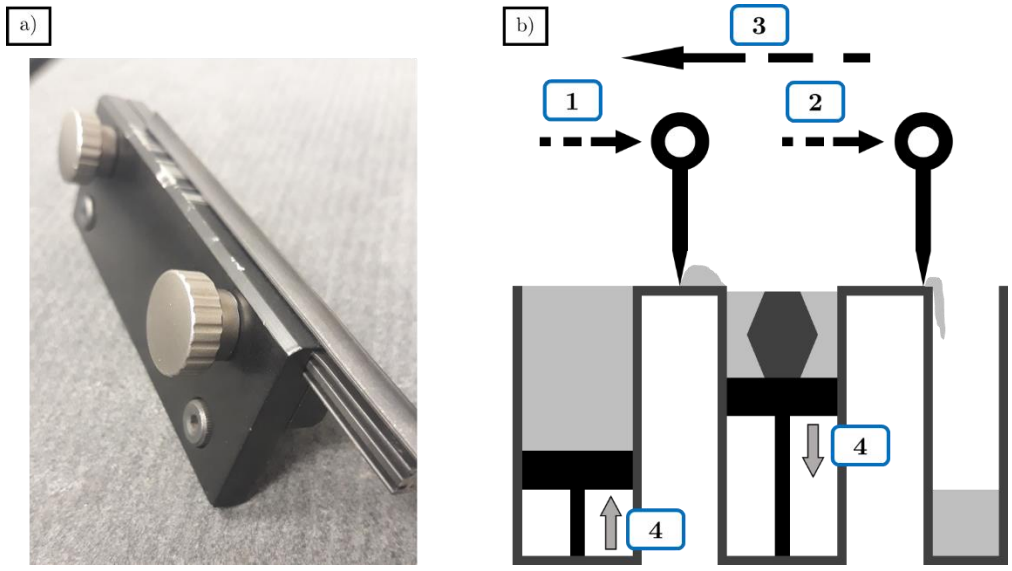


Figure 2.4 - **a)** Dispositif permettant la mise en couche sur l'imprimante TruPrint série 1000
b) Processus de mise en couche pour la TruPrint série 1000 – Les chiffres encadrés indiquent l'ordre de succession des phases.

Le dernier élément de la chambre de construction est le racleur montré en **Figure 2.4 a)**. Il s'agit d'une bande en caoutchouc. Le réglage de la hauteur de ce racleur par rapport à la base de la chambre de construction est relativement grossier vu qu'il est simplement posé avant de le verrouiller avec les vis.

Le schéma présenté en **Figure 2.4 b)** résume les différentes étapes de mise en couche de la poudre pour la machine TruPrint série 1000 :

1. Le racleur récupère la poudre nécessaire à la construction dans le cylindre de réserve. Puis il la dépose dans le cylindre dans lequel la pièce est construite. La couche de poudre est ainsi déposée sur le substrat.
2. Le racleur continue sa course jusqu'au trop-plein dans lequel est versé l'excédent de poudre. Immédiatement après, le laser fait fondre localement les zones déterminées dans le programme de construction.
3. Une fois le laser coupé, le racleur revient à sa position initiale. Un très léger angle est appliqué sur le bras tenant le racleur afin d'éviter tout contact entre celui-ci et les différents composants de la chambre, en particulier les cylindres de réserve et de construction.

4. Le cylindre de réserve remonte d'une hauteur définie par la quantité de poudre à étaler. Le cylindre de construction descend d'une hauteur égale à l'épaisseur d'une couche. Puis le cycle peut recommencer.

Cette machine n'a été utilisée que pour la consolidation de la poudre 316L commercialisée par SLM Solutions.

2.1.2.2. Paramètres de construction utilisés

Les paramètres de construction ont en grand partie été développés par Aziz Chniouel lors de sa thèse soutenue en 2019 [5], qui aboutissent à une densité volumique d'énergie $E_v = 123$ J.mm^{-3}. Ces paramètres ont été développés et définis pour obtenir des matériaux denses.

- Diamètre du faisceau : 55 µm
- Vitesse de balayage du faisceau laser : 675 mm.s^{-1}
- Puissance du laser : 150 W
- Hatch distance (*HD*) : 90 µm
- Épaisseur de couche de poudre : 20 µm

La stratégie de balayage utilisée est exposée en **Figure 2.5 a)**. Il s'agit d'une stratégie sans damier avec l'incrémentation d'un angle de 90° entre chaque couche. La direction des traits de laser et la direction du flux d'argon forment un angle de 45°. Le bord des pièces est consolidé une nouvelle fois à la fin de chaque couche.

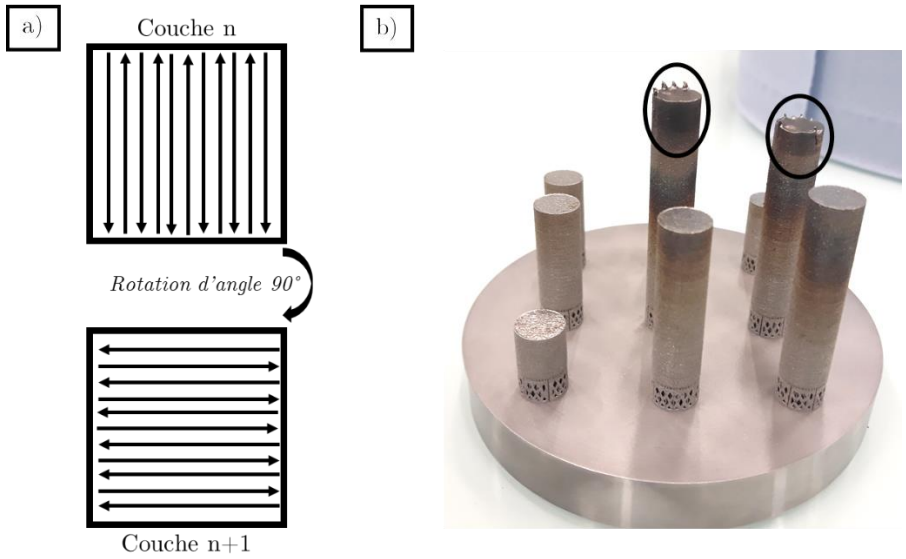


Figure 2.5 - **a)** Stratégie de balayage du laser pour la consolidation de l'acier 316L sur la machine TruPrint 1000.
b) Plateau de test pour justifier la nécessité d'un temps minimal d'attente entre deux passages du laser.

De plus, un délai de temporisation a été adjoint à tous ces paramètres. Ce délai représente un temps minimal d'attente entre deux passages du faisceau laser. En effet, si ce délai est trop court ou inexistant, la chaleur générée lors de la fusion du métal n'a pas le temps d'être évacuée suffisamment et ainsi la température de la pièce en cours de consolidation augmente très fortement. Cela aboutit à une surchauffe du matériau comme exposé en **Figure 2.5 b)**. Autour des zones entourées en noir, la température atteinte est telle que la poudre non fondue autour a pu être frittée.

L'expérience préliminaire mentionnée en **Figure 2.5 b)** a pour but de mettre en lumière le rôle de cette temporisation. Elle consiste à construire sans temporisation des barreaux cylindriques de 1cm de diamètre et ayant des hauteurs s'échelonnant régulièrement de 1cm à 5cm. Ainsi le délai entre deux passages du laser sur un même point est dicté par le temps total de consolidation d'une couche et du temps incompressible de mise en couche. Comme le nombre de barreaux à consolider diminue avec la hauteur, arrive un moment où ce délai devient trop faible pour laisser le temps à la chaleur de se dissiper dans la pièce. Pour donner un ordre d'idée, ce délai vaut 16s lorsque 8 barreaux sont construits simultanément ; il n'est plus que de 10s lorsque seulement 4 barreaux sont consolidés.

Ce délai de temporisation minimal a finalement été fixé à 20s.

2.1.2.3. Construction des ébauches

Dans le cadre de cette thèse, des ébauches parallélépipédiques ont été construites afin de pouvoir les laminer par la suite. Compte tenu des dimensions limitées de la machine et du plateau de construction, les dimensions suivantes ont été retenues : 60 x 20 x 15 mm^3 (**Figure 2.6 a)**). Ces dimensions permettent de prélever des éprouvettes de traction dans toutes les directions (cf. **2.3.4.3**) sans pour autant rendre les ébauches trop volumineuses. Deux directions de construction, définies en **Figure 2.6 b)**, sont considérées dans cette étude car le procédé L-PBF peut induire de fortes anisotropies des propriétés microstructurales et mécaniques [4,57,139].

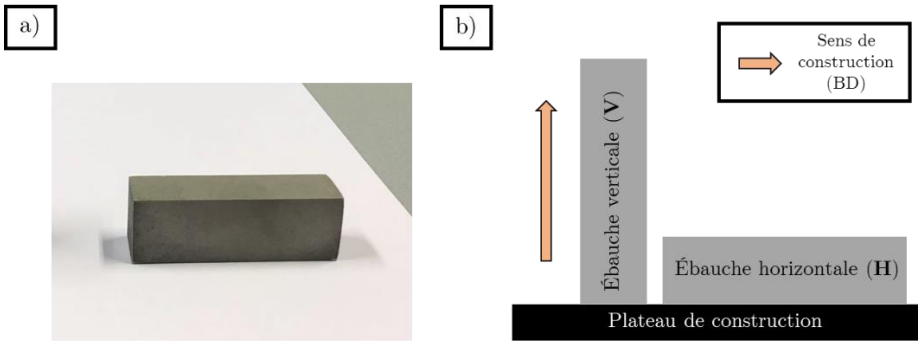


Figure 2.6 - **a)** Ébauche post-traitée consolidée avec la TruPrint série 1000.
b) Orientation des ébauches par rapport au plateau de construction.

Comme indiqué en **Figure 2.6 b)**, les ébauches verticales seront repérées par la lettre ***V***, les ébauches horizontales par la lettre ***H***. Cette dénomination sera rappelée régulièrement au cours du manuscrit. De même le sens de construction (*BD*) sera repéré pour toutes les images de microstructures L-PBF.

Par ailleurs, plusieurs ébauches, jusqu'à 6 selon leurs orientations, ont été consolidées sur un même plateau pour des raisons de temps. En revanche, après les premiers essais, ce nombre a été réduit à 2-3 maximum par plateau pour des raisons d'évacuation insuffisante des scories de fusion par le flux argon, qui seront détaillées en **3.2.1.2**.

Le temps de consolidation d'un plateau contenant 3 ébauches est alors en moyenne de 12h-14h au total.

2.1.3. Machine L-PBF SLM 280HL

2.1.3.1. Présentation de la machine

La SLM 280$_{HL}$ (**Figure 2.7**) est une machine L-PBF de plus grand format disposant d'un plateau de construction de dimension 280 x 280 mm^2. La hauteur maximale de construction peut atteindre 350 mm. Elle est alors très utile pour la construction d'objets volumineux. Elle est pourtant plus complexe à appréhender et à utiliser, notamment concernant son nettoyage, ce qui rend les changements de matériaux longs et fastidieux.

La machine est également équipée d'un laser Ytterbium ayant une longueur d'onde de 1064 nm. Son diamètre de faisceau dans la zone focalisée est de 75 µm et sa puissance maximale peut s'élever jusqu'à 400 W. L'ensemble de la construction se fait sous atmosphère et flux d'argon, avec un taux d'oxygène maximal fixé à 100 ppm pour commencer la construction.

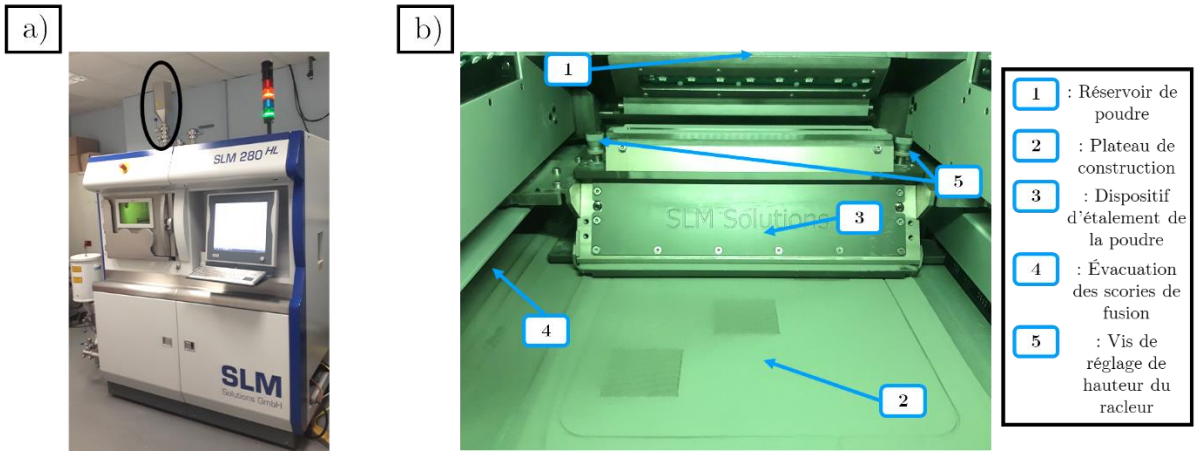


Figure 2.7 - **a)** Vue extérieure de l'imprimante L-PBF SLM Solutions SLM 280$_{HL}$.
b) Chambre de construction de la machine.

Même si le principe de construction est le même que pour la TruPrint série 1000 décrite en **2.1.2.1**, la mise en œuvre est légèrement différente, en particulier concernant la mise en couche. En effet, comme le montre la **Figure 2.7 b)**, le cylindre de réserve est absent. Le réservoir de poudre, noté ***1*** sur la figure, est au-dessus de la chambre de construction. Il a l'avantage de contenir plus de poudre, presque 300 kg, et de pouvoir être rempli en cours de fabrication par le haut de la machine sans casser l'atmosphère d'argon à l'aide de petits réservoirs hexagonaux, comme celui entouré en noir sur la **Figure 2.7 a)**.

Le dispositif d'étalement de poudre, ***3*** sur la figure, est composé d'une double-chambre de stockage qui permet d'étaler de la poudre à l'aller et au retour. Le rechargement du dispositif se fait alors une couche sur deux pour les deux couches suivantes. Le racleur est également une bande de caoutchouc, ici de géométrie différente. Le réglage en hauteur de ce racleur est beaucoup plus précis grâce aux deux vis de réglage millimétrique et micrométrique ***5***. La poudre excédentaire est récupérée dans deux bacs de trop-plein situés de part et d'autre du plateau après chaque couche étalée. L'enchaînement des étapes de mise en couche reste sensiblement le même que celui présenté en **2.1.2.1**, à ceci près que le rechargement en poudre est réalisé après l'étalement de deux couches.

Afin de doser la quantité de poudre nécessaire, la poudre doit passer entre ***1*** et ***3*** par un cylindre tournant à deux compartiments, qui vont permettre de fixer le volume de poudre introduit.

Ce cylindre est un des points critiques de fonctionnement si la poudre est mal tamisée en amont. En effet, les scories de fusion peuvent alors bloquer le cylindre et arrêter la construction.

Le plateau de construction est un substrat en acier inoxydable 316L de plusieurs centimètres d'épaisseur, fixé aux quatre coins à la plateforme de construction. Au contraire de la Trumpf TruPrint série 1000, celui-ci est chauffant à des températures pouvant atteindre 600°C.

Cette machine a été utilisée pour la consolidation d'ébauches à partir des deux poudres mentionnées : SLM et Praxair.

2.1.3.2. Paramètres de construction utilisés

Les paramètres de construction ont été développés par SLM Solutions dans un premier temps, puis modifiés par Olivier Hercher. Les principales valeurs de ces paramètres sont :

- Diamètre de faisceau : 75 µm
- Vitesse de balayage du faisceau laser : 750 mm.s^{-1}
- Puissance du laser : 175 W
- Hatch Distance (*HD*) : 100 µm
- Épaisseur de couche de poudre : 30 µm

L'ensemble de ces paramètres aboutit à une densité relative d'énergie E_v = 77,8 J.mm^{-3}. Ces paramètres ont été développés et améliorés afin d'obtenir des matériaux denses. La stratégie de balayage est explicitée en Figure 2.8 ci-dessous.

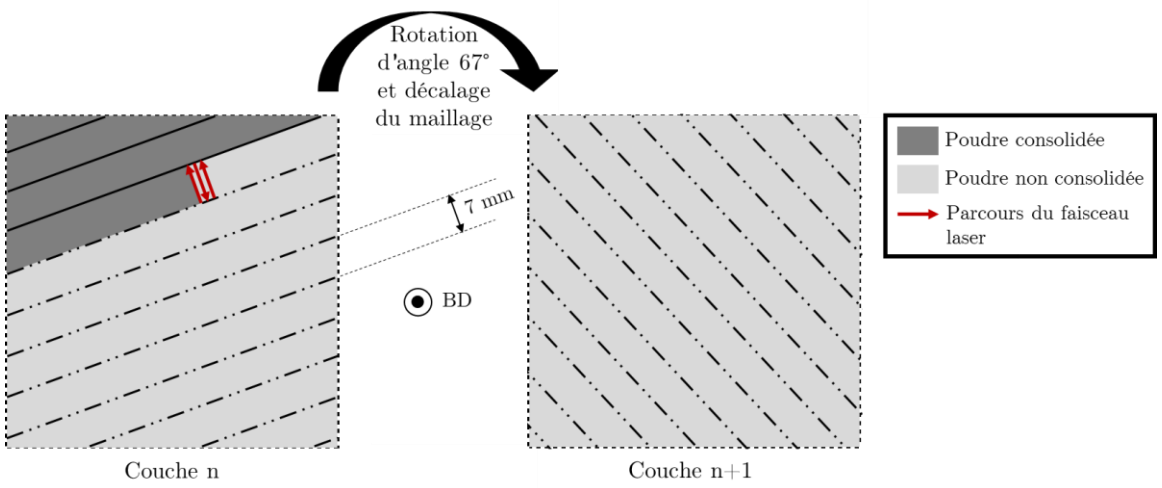


Figure 2.8 - Stratégie de balayage du laser pour la consolidation de l'acier 316L sur la machine SLM 280$_{HL}$

Ainsi la stratégie de balayage est plus complexe que celle utilisée sur la TruPrint série 1000. Elle consiste en un balayage par bandes parallèles de 7 mm de large. Un angle de 67° est incrémenté entre chaque couche ; mais à cela s'ajoute une translation du maillage d'une distance égale à un septième de la largeur d'une bande. Le schéma présenté en **Figure 2.8** est néanmoins simplifié par rapport à la stratégie réelle mise en œuvre. En effet :

- Concernant l'ordre de consolidation des pièces, les pièces situées proches de l'évacuation des scories sont consolidées en premier et celles situées proches de l'entrée du flux d'argon en dernier.
- Concernant l'orientation des bandes et du parcours du faisceau, les bandes sont consolidées dans une direction opposée au flux d'argon. De même, l'angle entre le vecteur directeur du parcours du faisceau laser et le vecteur du flux d'argon est limité à une certaine gamme de

valeurs dans la stratégie de balayage, appelée *Fenêtre Angulaire*. Tant que ces deux critères ne sont pas respectés, le maillage subit une nouvelle rotation de 67° et une nouvelle translation.

Ces deux points sont importants car ils permettent de limiter le dépôt de scories de fusion sur des zones encore non consolidées du plateau, et ainsi de limiter le nombre de défauts potentiels dans les ébauches fabriquées. De plus, la limitation des orientations possibles entre la direction de balayage du laser et celle du flux de gaz par cette *Fenêtre Angulaire* permet d'atténuer la variabilité de forme des bains de fusion comme mentionné par Scipioni Bertoli et al. [85].

Comme pour les paramètres utilisés sur la TruPrint série 1000, un temps minimal de 20s de temporisation entre deux passages du faisceau laser a été implémenté.

Enfin, 24h avant le début de la construction, le plateau de construction est chauffé à 200°C afin de réduire l'effet des contraintes résiduelles lors de la construction [197].

2.1.3.3. Construction des ébauches

Des ébauches parallélépipédiques comme exposées en **2.1.2.3** ont été construites sur cette machine (cf. **Figure 2.6**).

Par ailleurs, afin d'utiliser l'intérêt principal de la SLM 280$_{HL}$ à savoir le volume conséquent de construction, des ébauches parallélépipédiques de dimensions supérieures (150 x 60 x 30 mm^3) ont été élaborées, dans le sens Vertical (***V***) et dans le sens Horizontal (***H***). Pour la consolidation complète d'un plateau comprenant 3 de ces ébauches, le temps de fabrication peut alors dépasser les 7 à 8 jours.

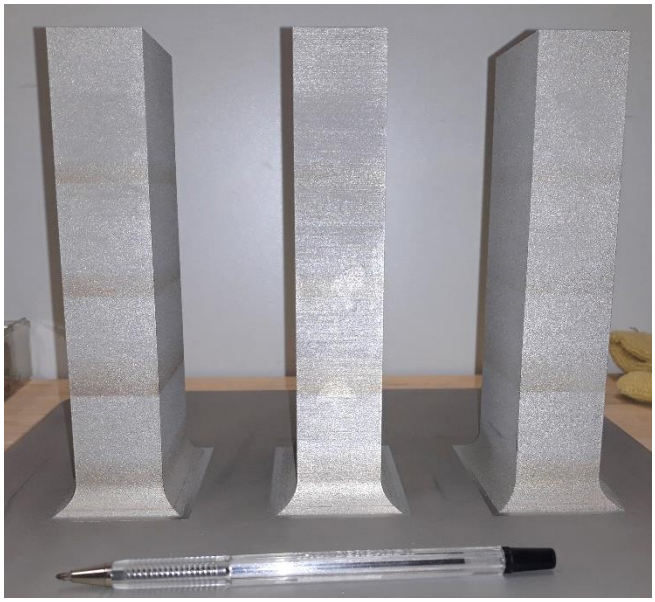


Figure 2.9 - Plateau de construction comprenant trois ébauches verticales de dimensions (150 x 60 x 30 mm^3) après consolidation.
Note : les traces d'oxydation en surface des ébauches sont dues aux multiples rechargements du réservoir en poudres au cours de la construction, les bouteilles étant à atmosphère ambiante. L'ajout d'oxygène reste cependant négligeable car le taux de O_2 dans la chambre ne dépasse pas 150 ppm pendant quelques minutes.

L'étude de ces ébauches revêt un double-intérêt du point de vue du procédé et matériau :

- Quelles sont les difficultés engendrées par la consolidation de pièces massives à fort rapport d'aspect ?

- Les propriétés microstructurales et mécaniques sont-elles comparables entre ces ébauches et celles présentant des dimensions plus faibles ? En particulier les propriétés après laminage et après traitement thermique de ces matériaux.

2.1.4. À propos des supports de construction

Les supports de construction sont des structures évidées, comme des échafaudages, qui maintiennent le lien entre la pièce construite et le substrat initial. Ils sont primordiaux dans la faisabilité et la qualité des pièces obtenues après consolidation. En effet, ils ont un rôle dans deux phénomènes importants :

- L'évacuation de la chaleur induite par la fusion de la poudre au cours de la construction.
- Le maintien de la pièce consolidée sur le plateau de construction.

Ils doivent être en même temps suffisamment évidés et fins pour pouvoir décrocher la pièce finale du plateau et pour les enlever facilement de celle-ci. Ces supports peuvent prendre des formes diverses, dont le design peut être complètement contrôlé lors de l'étape de CAO sur *Magics* comme mentionné en **2.1.1.3**.

Un défaut dans le design de ces supports peut entraîner un arrêt prématuré de la construction comme exposé en **Figure 2.10 a)**. Ici l'impression s'est interrompue à cause d'une surépaisseur des supports rendant impossible les mises en couche. Ces supports avaient été développés pour une consolidation de la poudre 316L Trumpf, qui a une meilleure coulabilité que la poudre commercialisée par SLM Solutions, mais ce plateau montre qu'appliquer directement la même stratégie et la même géométrie pour les supports sur d'autres poudres 316L, ici celle produite par SLM Solutions, n'est pas forcément viable.

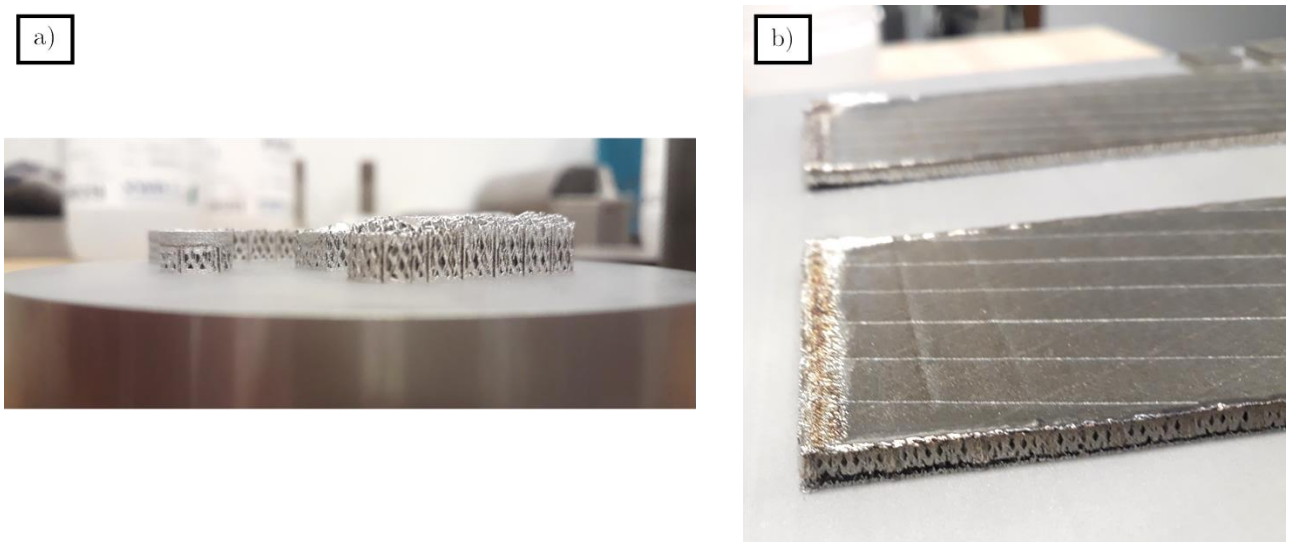


Figure 2.10 - **a)** Plateau de construction sur TruPrint série 1000 interrompu en début de construction à cause d'une surépaisseur au niveau des supports.
b) Plateau de construction sur SLM 280_{HL} interrompu par arrachement de la pièce du support.

Le cas exposé en **Figure 2.10 b)** concerne la construction des grandes ébauches de 150 x 60 x 30 mm^3 dans le sens Horizontal. Les supports ont été développés pour la construction des petites ébauches de cette thèse mais le passage à ces grandes ébauches a généré certaines difficultés. En effet, les matériaux 316L L-PBF présentent de fortes contraintes internes du fait des nombreux cycles

thermiques au cours de la fabrication [67,198]. Si ces supports sont effectivement capables de résister à des contraintes internes provenant d'une ébauche de 60 x 20 x 15 mm^3, ils sont limités pour résister à celles développées par une ébauche de 150 x 60 x 30 mm^3. En effet, les supports se sont désolidarisés du plateau entraînant par la suite un arrachement du racleur, et un arrêt de la construction, et ce, dès le début de la consolidation de l'ébauche. Ce phénomène est plus marqué lors de la consolidation de la poudre SLM que lors de la consolidation de la poudre Praxair, à tel point que la consolidation de ces grandes ébauches horizontales avec la poudre SLM n'était pas faisable. Ceci mène à la conclusion de la présence de plus fortes contraintes internes dans l'acier consolidé SLM. Cet aspect sera plus approfondi et discuté au chapitre **3** mais il me semble important de le mentionner ici pour souligner l'impact d'un changement de poudre sur la viabilité ou non d'un design de support.

Pour remédier à ce problème, un nouveau type de support a été utilisé (cf. **Figure 2.9**). Il s'agit d'un maillage hexagonal à l'intérieur, renforcé par une base de 1 mm d'épaisseur sur les contours de la pièce. L'élargissement de cette base en se rapprochant du plateau permet une meilleure adhérence du support à celui-ci, en particulier lors des premières couches.

Néanmoins, l'optimisation des supports est tributaire des avancées et des possibilités offertes par les logiciels de CAO. Par exemple, le dernier type de support mentionné n'a été disponible qu'avec une mise-à-jour de *Magics* intervenue en cours de thèse.

2.1.5. Post-traitement des ébauches produites

Après consolidation des ébauches, celles-ci sont séparées des plateaux au niveau des supports de fabrication à l'aide d'une scie à ruban. Les ébauches ainsi obtenues sont sablées puis nettoyées à l'éthanol dans un bac à ultrasons pour éliminer la poudre déposée en surface et encore contenue dans les supports.

Les ébauches sont ensuite rectifiées. Cette étape a pour but premier de retirer les supports de la pièce et d'effectuer un traitement de surface de l'ébauche, qui est rugueuse à l'état brut de fabrication.

Elle est pourtant capitale en ce qui concerne les ébauches de dimensions 150 x 60 x 30 mm^3. En effet, comme le montre la **Figure 2.11**, l'ébauche peut développer des défauts d'épaisseur ou de planéité pouvant atteindre quelques millimètres. L'origine de ces anomalies est très certainement les fortes contraintes internes qui, dans le cas présenté ici, ont été suffisantes pour détacher les supports exposés en **Figure 2.10 b)** du plateau sans pour autant arracher le racleur. Une ébauche d'épaisseur 30 mm au centre et 25-27 mm aux extrémités est en fait obtenue.

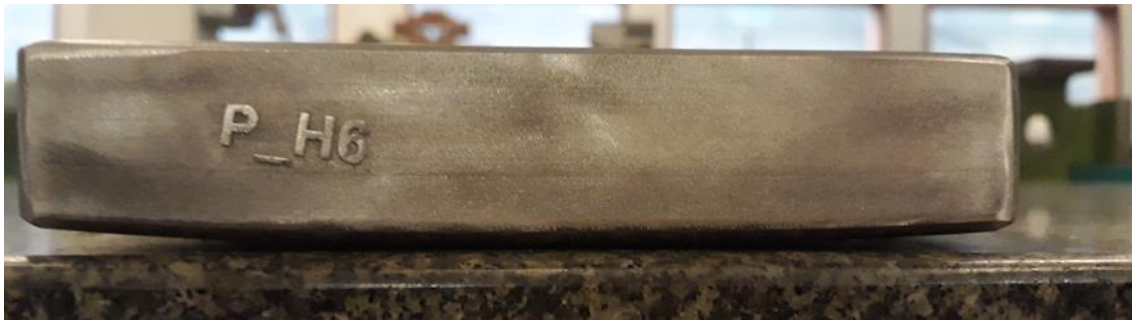


Figure 2.11 - Ébauche horizontale consolidée à partir de la poudre Praxair de dimensions (150 x 60 x 30 mm^3).

Par conséquent les ébauches de grandes dimensions qui sont étudiées dans cette thèse sont de dimensions finales : 150 x 60 x 25 mm^3 après rectification.

Enfin, avant l'étape de laminage qui sera exposée en **2.2.1**, toutes les ébauches sont chanfreinées sur toutes les arêtes du pavé. Ces chanfreins dont la largeur varie de 2 à 5 mm selon les ébauches permettent de limiter la fissuration du matériau au cours du laminage et améliorent également la prise de la pièce par le laminoir en améliorant l'angle d'attaque des rouleaux.

2.2. Traitements conventionnels utilisés

Au cours de cette thèse, divers traitements post-fabrication ont été envisagés, comme mentionnés dans l'état de l'art. Deux traitements ont été sélectionnés :

- Le laminage plan à froid : Disponible sur les sites du CEA à Saclay et de l'INSA à Rennes. Très utilisé dans l'industrie pour la déformation à froid d'aciers et d'autres métaux. Cas relativement « simple » concernant le repérage des directions de contrainte et de déformation pour l'étude des systèmes de déformation.
- Le traitement thermique (TTH) : Très utilisé dans l'industrie pour recristalliser ou du moins détendre les contraintes internes des matériaux.

La combinaison d'étapes de laminage à froid et de traitement thermique est répandue dans l'industrie pour affiner les microstructures des aciers austénitiques par création de martensite sous contrainte par déformation à froid puis transformation de cette martensite en austénite par traitement thermique [173].

2.2.1. Laminage plan à froid

Dans le cadre de cette étude, les essais de laminage à froid ont été effectués sur deux sites : l'INSA de Rennes et le CEA Paris-Saclay. Deux taux de laminage ont été sélectionnés pour cette thèse : 10% et 20%. Ce taux de laminage est défini par l'expression ci-dessous, où e_i et e_f sont les épaisseurs initiale et finale de l'ébauche avant et après laminage à froid :

$$\varepsilon_{laminage} = \frac{e_i - e_f}{e_i} \qquad \textbf{(6)}$$

Un taux de réduction d'épaisseur de 20% est un taux fréquemment utilisé dans les procédés de déformation à froid. Par ailleurs, 20% de laminage semble être un bon compromis avec l'absence de formation de martensite sous contrainte et un allongement à rupture autour de 30% pour l'acier 316L conventionnel (cf. **1.4.1.2.1**). Le taux de 10% permettra de mieux étudier les systèmes de déformation activé au cours du laminage.

2.2.1.1. Laminoir plan à froid de l'INSA de Rennes

Le laboratoire Chimie-Métallurgie (CMet) de l'Institut des Sciences Chimiques de Rennes (ISCR) affiliée à l'INSA de Rennes possède un laminoir à froid Joliot Paris de taille modeste (cf. **Figure 2.12 a)**). Les rouleaux de laminage ont un diamètre de 150 mm pour une longueur de 190 mm.

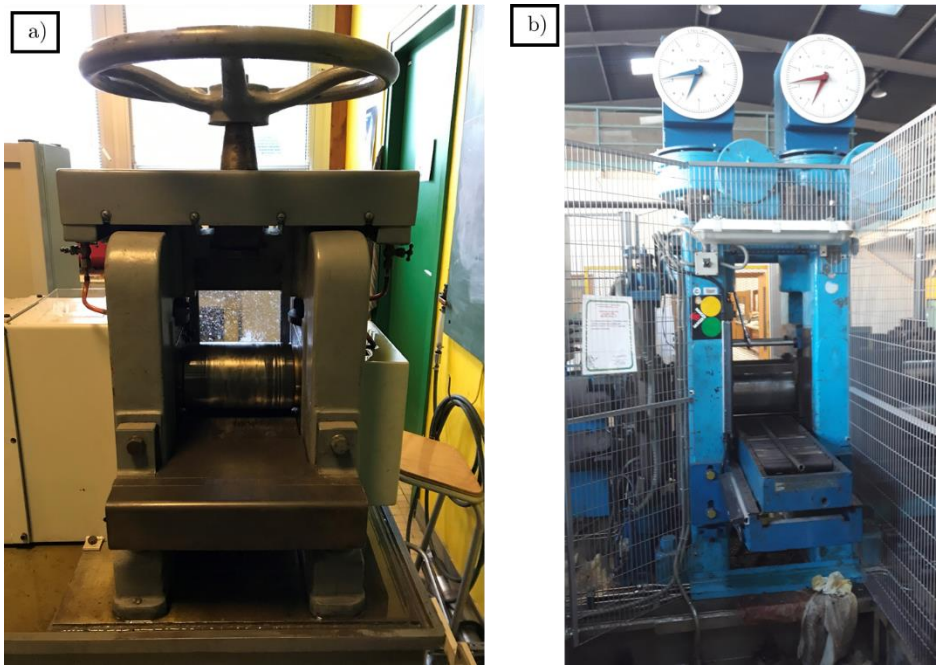


Figure 2.12 - **a)** Laminoir plan du laboratoire Chimie-Métallurgie à l'INSA de Rennes.
b) Laminoir plan du laboratoire LTMEx au CEA Paris-Saclay.

Ce laminoir a permis de laminer les ébauches de petites dimensions mentionnées précédemment (60 x 20 x 15 mm^3). Pour un taux de réduction d'épaisseur de 10%, 4 passes de laminage ont été nécessaires, ce qui équivaut à des passes de 0,37 mm en moyenne. Les ébauches ont été laminées dans la longueur mais dans les deux sens de laminage pour éviter le cintrage de la pièce. En conséquence, le terme « Direction de laminage » sera employé en lieu et place de « Sens de laminage ». Le réglage de la distance entre les deux rouleaux est relativement grossier car elle est simplement modifiée par le volant au-dessus du laminoir. La vitesse des rouleaux a été fixée à 34 tours par minutes pour le laminage des ébauches.

2.2.1.2. Laminoir plan du LTMEx (CEA Paris-Saclay)

Le Laboratoire de Technologie des Matériaux Extrêmes (LTMEx) au CEA Paris-Saclay possède un laminoir plan, AMECO Stanat Mann, aux dimensions quasi-industrielles (cf. **Figure 2.12 b)**). Plusieurs cages, ou groupes de rouleaux de laminage, peuvent être installés en fonction des besoins selon la taille des pièces à laminer ou s'il s'agit de laminage à froid ou à chaud. Ici, seule la fonction laminage à froid a été utilisée pour laminer les grandes ébauches (150 x 60 x 25 mm^3). La distance inter-rouleaux est contrôlée plus finement à l'aide des deux cadrans au-dessus du laminoir.

Avant de laminer la pièce, celle-ci subit deux passes dites de « cédage ». Elles consistent à fixer la distance inter-rouleaux égale à l'épaisseur de la pièce à laminer. Elles permettent alors de casser les fibres du matériau avant laminage. Par la suite, des passes de 0,5 à 1 mm sont réalisées jusqu'à obtenir le taux de laminage correspondant. Afin également de limiter le cintrage des pièces à la suite du laminage, celles-ci sont laminées dans plusieurs sens, toujours dans la direction de la longueur.

Le travail effectué sur ce laminoir a été réalisé par Frédéric BONDIGUEL et David SOUMET, la machine étant classifiée comme dangereuse.

2.2.2. Traitements thermiques

Le LTMEx possède également un four de traitement thermique ELTI 1600, série St-Chamond, de dimensions 35 x 50 x 60 cm^3. Il a été utilisé pour les traitements thermiques (TTH) de cette thèse. Il peut fonctionner à atmosphère ambiante ou sous atmosphère d'argon et la température maximale possible est de 1300°C, température suffisante pour les études menées. En effet, la température maximale mentionnée dans la littérature scientifique est de 1200°C pendant environ 1h [57,190,199]. Les gammes de température et de durée des TTH seront justifiées et explicitées en **5.1.2** de ce manuscrit. Avant les essais de TTH sur les ébauches construites, des essais de calibrage du four ont été menés pour déterminer les éventuels décalages entre la température programmée, la température du four et la température dans un cube de 560 mm de côté. Des thermocouples de type K ont été utilisés. Pour mesurer la température dans le cube, le thermocouple a été introduit dans un trou, du diamètre du thermocouple, percé dans celui-ci. Il a été possible par ce moyen de déterminer la température de consigne nécessaire ainsi que le décalage temporel pour que la pièce atteigne la température cible de TTH. Des essais de TTH sur des ébauches de différentes tailles ont été également effectués afin de déterminer l'influence de la taille de l'échantillon dans les différences de température relevées. Les résultats obtenus lors de ces essais préliminaires effectués avec Édouard DE SONIS, doctorant au SRMA/LTMEx seront détaillés et discutés en **5.1.2**.

Ici, les TTH ont été effectués sous air suivi d'une trempe à l'eau. L'utilisation de ce four requiert plusieurs précautions :

- Les montées et descentes en température du four ont été réglées par des rampes ne dépassant pas les 100 à 200°C par heure.
- Afin d'être sûr de l'homogénéité de la température, le four est maintenu à la température souhaitée pendant au minimum 3 à 4 heures, avant introduction de la pièce à traiter dans l'enceinte.
- Les durées de TTH mentionnées n'incluent pas la durée nécessaire à la montée en température de la pièce une fois introduite. Cette durée est déterminée par les essais de calibrage mentionnés précédemment et sera explicitée dans le manuscrit.

2.2.3. Nomenclature des échantillons analysés

La thèse porte sur l'analyse microstructurale et mécanique d'échantillons provenant d'ébauches brutes, laminées ou traitées thermiquement. Une nomenclature unique sera utilisée au cours de ce manuscrit, qui permettra de connaître les différents post-traitements appliqués. Quoique longue, elle reste cependant exhaustive quant aux caractéristiques de chacune des ébauches considérées lors de cette thèse.

Tout d'abord, une première lettre désigne la machine utilisée pour la consolidation L-PBF. Dès lors :

- **T** = TruPrint série 1000
- **S** = SLM 280_{HL}

La seconde lettre de la dénomination désigne la poudre utilisée pour la consolidation, à savoir :

- **S** = Poudre 316L commercialisée par SLM Solutions
- **P** = Poudre 316L commercialisée par Praxair Inc.

La troisième lettre désigne l'orientation de consolidation de l'ébauche par rapport au plateau de construction.

- **V** = Vertical
- **H** = Horizontal

Cette dernière lettre définit alors trois axes importants vu que le laminage à froid a été réalisé dans la direction de la longueur de l'ébauche : la direction de construction (*BD*), la direction de laminage (*RD*) et l'axe des rouleaux de laminage (*ND*) comme explicités en **Figure 2.13**. Ces axes seront rappelés sur toutes les coupes et analyses métallographiques exposées dans ce manuscrit.

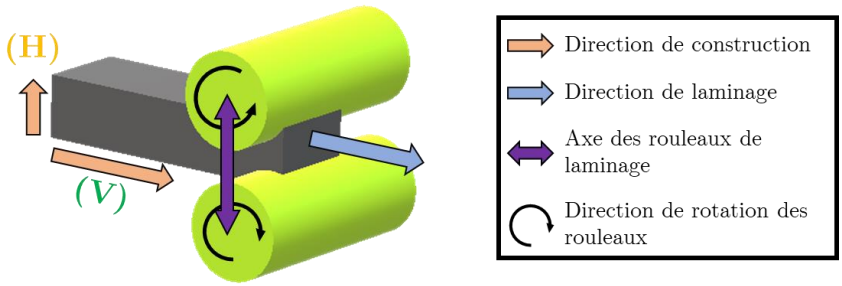


Figure 2.13 - Laminage des ébauches – Définition des axes considérés dans le manuscrit.

Ainsi une ébauche « verticale » induit une direction de construction colinéaire à la direction de laminage mais orthogonale à l'axe des rouleaux de laminage. En revanche, une ébauche « horizontale » induit une direction de construction orthogonale à la direction de laminage mais colinéaire à l'axe des rouleaux de laminage. Cette distinction est d'autant plus importante que le laminage est une déformation anisotrope et qu'elle est appliquée sur un matériau lui-même anisotrope pour lequel la direction de construction est importante comme indiquée en **1.3.2.2.2** et **1.3.3.1**.

Ainsi, un échantillon repéré SPV provient d'une ébauche consolidée sur la machine SLM 280$_{HL}$, à partir de la poudre Praxair, construite à la verticale par rapport au plateau.

Ensuite, vient la désignation des post-traitements subis par l'ébauche considérée :

- Le laminage à froid est repéré par la lettre **L** suivie du taux de laminage. Par exemple **L10** équivaut à un état laminé à 10%.
- Le traitement thermique est repéré par la lettre **T** suivie de la température de TTH. Par exemple **T900** équivaut à un état traité thermiquement à 900°C. La durée du TTH sera alors implicite car chaque température considérée et étudiée n'a qu'une seule durée de TTH.

L'ordre dans lequel sont écrits ces groupes de lettres et de chiffres indique dans quel ordre les traitements ont été conduits. L'absence d'un groupe signifie que l'ébauche n'a pas subi le traitement considéré. Chaque groupe est séparé par le symbole « _ ».

Voici quelques exemples pour illustrer cette nomenclature :

- **SPH_L10** : Ébauche consolidée sur la machine SLM 280$_{HL}$, à partir de la poudre Praxair, construite à l'horizontale par rapport au plateau, puis laminée à 10%.
- **TSV** : Ébauche consolidée sur la machine TruPrint série 1000, à partir de la poudre SLM, construite à la verticale par rapport au plateau.
- **SSV_T900_L20** : Ébauche consolidée sur la machine SLM 280$_{HL}$, à partir de la poudre SLM, construite à la verticale par rapport au plateau puis traitée thermiquement à 900°C, puis laminée à 20%.
- **SPV_L20_T1200** : Ébauche consolidée sur la machine SLM 280$_{HL}$, à partir de la poudre Praxair, construite à la verticale par rapport au plateau puis laminée à 20%, puis traitée thermiquement à 1200°C.

Seules les dimensions des ébauches ne sont pas mentionnées. Néanmoins, le type des ébauches analysées est mentionné à chaque fois que nécessaire, les grandes ébauches ayant été exclusivement utilisées pour l'étude concernant les effets des traitements thermiques. Les ébauches et cas de figures étudiés sont mentionnés lors de la présentation du plan d'expérience en amont de chaque partie et rappelés en **Annexe 6.1**.

2.3. Outils de caractérisation des matériaux

Cette section se concentre sur la description des outils de caractérisation des matériaux, ainsi que les paramètres utilisés.

2.3.1. Caractérisation des poudres

2.3.1.1. Granulométrie et densité tapée

Tout d'abord, les poudres analysées par ces essais ont toutes préalablement été placées à l'étuve à 70°C pendant 24h dans le but d'éliminer l'humidité.

La distribution granulométrique des deux poudres considérées ici, SLM et Praxair, a été déterminée par voie sèche par granulométrie laser sur un appareil Horiba Partica LA-950. Cet analyseur utilise la technologie de diffraction de Fraunhofer sur faisceau laser. Les distributions granulométriques ont été mesurées sur les poudres tamisées à 50 µm, poudres utilisées pour la consolidation par L-PBF.

Par ailleurs, pour compléter les caractérisations effectuées par Aziz Chniouel [5], à savoir des mesures de densité réelle et de coulabilité, des essais de tassement ont été effectués sur les deux poudres. La machine utilisée est un densimètre Densitap ETD-20 de la société Granuloshop, équipé d'une éprouvette graduée de 100 mL (cf. **Figure 2.14**).

Figure 2.14 - Dispositif utilisé pour la détermination de la densité tapée – Densitap ETD-20

Cet essai consiste à tout d'abord introduire 100 mL de poudre dans l'éprouvette puis relever la masse de poudre introduite. Le volume est mesuré après 4, 100, 1000 et 9999 chutes ; le volume à 9999 chutes est alors considéré comme le volume tassé de la poudre. Les densités apparente, d_{App}, et tapée (ou tassée), d_{Tap}, sont alors calculées à partir des volumes initial et tassé respectivement.

À partir de ces données, une grandeur permettant de caractériser la coulabilité d'une poudre peut être calculée : l'indice de Hausner H. Il représente l'état de friction inter-particulaire de la poudre. Il est calculé de cette manière :

$$H = \frac{d_{Tap}}{d_{App}} \qquad \textbf{(7)}$$

Cet indice, dont l'interprétation a été établie de manière empirique, est toujours utilisé pour caractériser la coulabilité d'une poudre grâce à sa facilité d'exécution. Un indice de Hausner supérieur à 1,2 est synonyme de mauvaise coulabilité et de bonne compressibilité, alors qu'un indice inférieur à 1,2 est le signe d'un bon écoulement mais d'une compressibilité diminuée.

2.3.1.2. Analyse chimique Oxygène / Azote

Les compositions chimiques des poudres en éléments majeurs et mineurs ont été mesurées lors de la thèse d'Aziz Chniouel [5] et les résultats sont repris en **Tableau 1.5** dans l'état de l'art. Dans le cadre de cette étude, les taux d'oxygène et d'azote ont été de nouveau mesurés à l'aide d'un analyseur chimique Horiba EMGA-820AC sur les poudres et sur les pièces massives après consolidation sur la machine SLM 280_{HL}.

Avant analyse chimique, les poudres ont été placées à l'étuve à 70°C pendant 24h pour éliminer l'humidité. Puis la poudre a été analysée par échantillon de 0,23±0,02 g. Pour l'analyse des pièces massives, des échantillons de 0,23±0,02 g ont été prélevés dans le cœur d'ébauches brutes de fabrication. Au total 5 à 6 échantillons ont été analysés pour chaque ébauche considérée, à différents endroits des ébauches afin de juger de l'uniformité des compositions chimiques.

2.3.2. Mesure de densité des échantillons

La densité des ébauches massives, brutes de fabrication et laminées, a été mesurée par la méthode d'Archimède. Elle consiste à mesurer la masse de l'ébauche dans trois conditions : sous air ($m_{sèche}$), immergée dans l'eau (m_{Imm}), et sous air après avoir trempé dans l'eau (m_{humide}). Ainsi la densité D_{Eb} de la pièce est déterminée comme suit :

$$D_{Eb} = \frac{m_{sèche} \cdot \rho_{eau}}{m_{humide} - m_{Imm}} \qquad \textbf{(8)}$$

La température ambiante a été notée à chaque essai afin de corriger la valeur de la densité de l'eau, ρ_{eau}. Par la suite, le pourcentage de porosité totale, $\%_{Ptot}$, a été déduit, de même que le pourcentage de porosité ouverte, $\%_{Pouv}$, et fermée, $\%_{Pfer}$.

$$\%_{Ptot} = \frac{D_{Th} - D_{Eb}}{D_{Th}} \qquad \textbf{(9)}$$

$$\%_{Pouv} = \frac{m_{humide} - m_{sèche}}{\rho_{eau} \cdot V_{tot}} \qquad \textbf{(9)}$$

$$\%_{Pfer} = \%_{Ptot} - \%_{Pouv} \qquad \textbf{(10)}$$

Où V_{tot} est le volume total de l'ébauche.

L'intérêt de ces mesures est de déterminer la porosité des ébauches brutes de fabrication et l'éventuelle influence du laminage à froid sur les porosités, même si les paramètres de construction ont été développés pour construire des ébauches denses.

2.3.3. Caractérisations microstructurales

Les observations microstructurales présentées dans ce manuscrit ont été réalisées au sein du CEA-Paris Saclay sur trois microscopes : un microscope optique (MO) et deux microscopes électroniques à balayage (MEB), un MEB équipé d'un filament Tungstène, et un MEB de type FEG (Field Emission Gun). La préparation des échantillons est sans enrobage de résine et manuelle, afin de pouvoir effectuer un polissage et une attaque électrolytique. Seules les éprouvettes de traction rompues ont été enrobées avant polissage.

2.3.3.1. Préparation des échantillons métallographiques

2.3.3.1.1. Découpe et prélèvement des échantillons

Les échantillons sont découpés dans un plan parallèle à direction de construction (*BD*) comme exposé en **Figure 2.15**. Ces plans de prélèvement ont été utilisés sur toutes les découpes, à l'exception des premiers échantillons car le protocole n'était pas encore fixé. Cela permet d'obtenir les mêmes orientations de direction de construction (*BD*), de direction de laminage (*RD*) et d'axe des rouleaux de laminage (*ND*). Par clarté, ces axes sont rappelés sur toutes les images d'analyses microstructurales présentées ici.

Les échantillons ont été découpés sur une tronçonneuse Accutom-100 de Struers à l'aide de meules de tronçonnage abrasives de type 30A15. La surface d'observation est d'environ 1 cm^2, l'épaisseur de l'échantillon est fixée à 0,8 cm. Une difficulté de découpe provient du ceintrage des pièces après laminage, afin que la face observée soit bien parallèle à *BD*. La face observée doit être parallèle à la face opposée car les échantillons ne sont pas enrobés.

Pour la découpe des ébauches plus volumineuses, une tronçonneuse Discotom-10 de Struers a été utilisée, avec des meules de tronçonnage de type 30A25, afin de dégrossir la pièce. Les dernières étapes de découpe ont été réalisées sur l'Accutom.

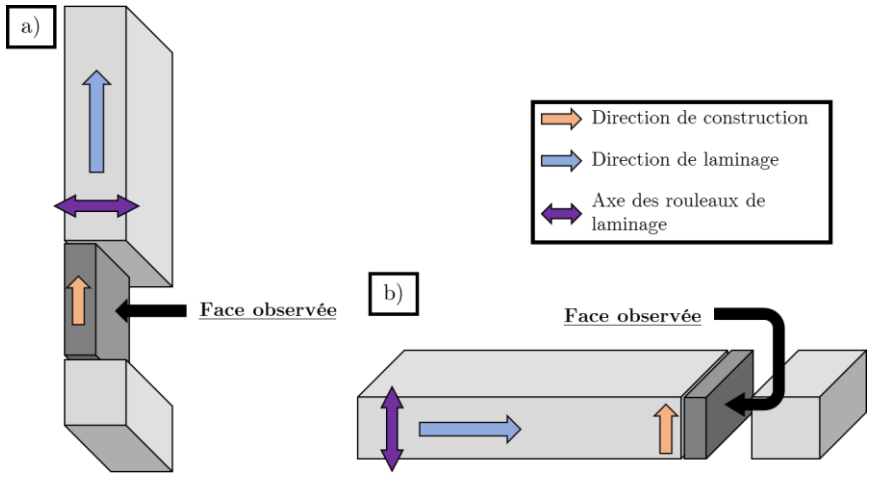


Figure 2.15 - a) Plan de découpe modèle des ébauches de type verticales ***V***.
b) Plan de découpe modèle des ébauches de type horizontales ***H***.

2.3.3.1.2. Enrobage

Cette étape ne concerne que les éprouvettes de traction rompues car le polissage manuel de celles-ci est impossible. La résine à chaud PolyFast est utilisée sur l'enrobeuse à chaud CitoPress-15 de Struers. Le diamètre des enrobés est fixé à 20 mm.

L'enrobage des échantillons rend alors difficile le polissage et l'attaque électrolytique. Les paramètres de ces deux dernières étapes sont légèrement modifiés comme indiqué en **2.3.3.1.4**.

2.3.3.1.3. Polissage mécanique

Le polissage des échantillons non-enrobés est effectué manuellement. La difficulté du polissage manuel réside dans le contact mécanique entre l'échantillon et la platine qui doit être bien plan et uniforme afin d'éviter le facettage de la face analysée. Les échantillons enrobés sont polis automatiquement à l'aide d'un porte-échantillon. La polisseuse utilisée est la Tegramin-20 de Struers.

Voici la gamme de polissage mécanique utilisée pour l'ensemble des échantillons :

1. Début du polissage avec du papier SiC 800, si la surface découpée est sans grande rayure. Un début à 500 est envisageable également. Le polissage est effectué jusqu'au papier 4000, sous un léger filet d'eau, avec une vitesse de rotation de la platine de polissage fixée à 150 tr/min. La durée de chaque étape est d'environ 20 à 30 secondes. Entre les papiers 1200, 2400 et 4000, l'échantillon est nettoyé à l'eau puis à l'éthanol.

2. Après avoir nettoyé l'échantillon à l'éthanol, l'échantillon est poli à l'aide d'une solution colloïdale diamantée de 3 µm sur un drap de polissage, qui a été nettoyé à l'eau préalablement afin d'éliminer les impuretés. Le polissage dure en général 1min30s, jusqu'à disparition des rayures visibles au microscope optique. Cette étape ne dépasse pas 2 minutes afin de réduire au maximum l'écrouissage de surface. Si des rayures subsistent toujours, l'échantillon est repris à l'étape ***1***. La vitesse de la platine est fixée à 120 tr/min.

3. Après avoir nettoyé l'échantillon à l'éthanol, l'échantillon est poli à l'aide d'une solution colloïdale diamantée de 1 µm sur un drap de polissage, qui a été nettoyé à l'eau préalablement afin d'éliminer les impuretés. Cette étape permet d'achever le polissage miroir de l'échantillon en éliminant les dernières rayures visibles. Cette étape dure 1min20s pour limiter l'écrouissage de surface avec une vitesse de platine fixée à 120 tr/min.

Le séchage des échantillons est effectué par air comprimé, afin d'évacuer mécaniquement les gouttelettes d'éthanol.

2.3.3.1.4. Polissage et attaque électrolytique

Les dernières étapes de polissage et d'attaque électrolytique sont exécutées sur LectroPol-5 de Struers à l'aide de deux solutions aqueuses d'acide oxalique à 10% en masse. Cette machine possède deux parties comme exposées sur la photo en **Figure 2.16**, dédiées au polissage ou à l'attaque électrolytique.

Le polissage électrolytique consiste à créer un flux d'acide oxalique sur la surface à polir. La tension a été fixée à 15 V, qui implique une intensité de 0,3 A. La durée du polissage est de 15-20 s pour tous les échantillons analysés non laminés. Elle est réduite à 10 s pour les échantillons laminés. Cette étape permet d'éliminer les dernières rayures et d'attaquer préférentiellement les joints de bains de fusion. L'éventuel écrouissage de surface induit par le polissage mécanique est éliminé définitivement lors de cette étape de polissage électrolytique.

L'attaque électrolytique consiste à immerger complètement l'échantillon dans la solution d'acide oxalique et d'appliquer une tension de 10 V, ce qui implique une intensité variant entre 1,73 et 1,80 A. La durée de l'attaque dépend de deux paramètres :

- De la microstructure analysée : la microstructure Praxair est attaquée plus rapidement que la microstructure SLM.
- Du taux de laminage appliqué : les microstructures laminées présentent plus de défauts qui sont attaqués par l'acide oxalique.

Dès lors, la durée de l'attaque, qui varie de 10 à 85 s, est établie afin de permettre de voir les joints de grain et la sous-structure cellulaire au microscope optique et au MEB. Cependant, les microstructures ne doivent pas être trop attaquées pour avoir une bonne indexation lors des analyses EBSD.

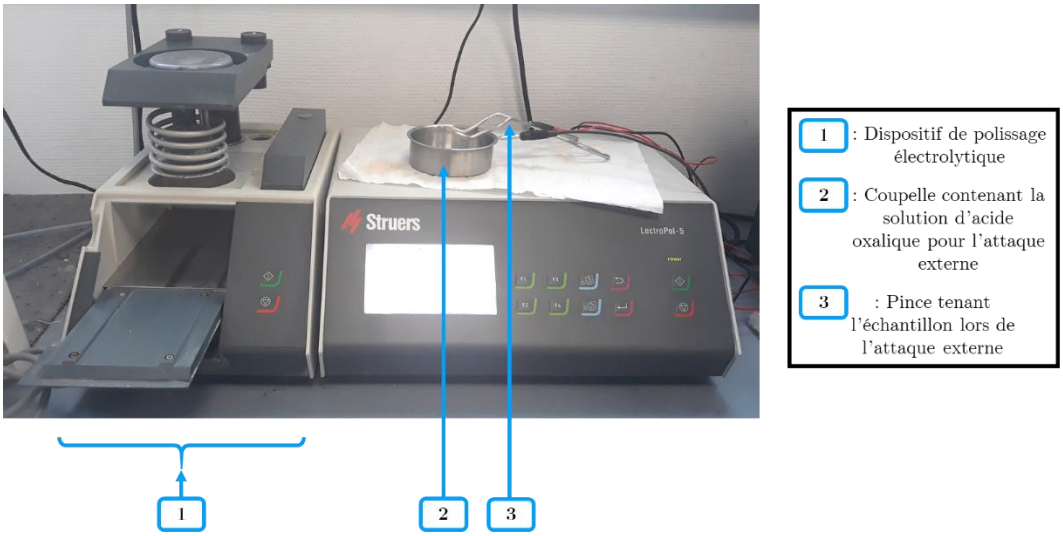


Figure 2.16 - LectroPol-5 de Struers avec les parties polissage et attaque électrolytiques.

Le polissage et l'attaque électrolytique permettent de révéler les joints de bain de fusion, les joints de grain et les éventuelles macles mécaniques et thermiques.

Concernant les échantillons enrobés, le contact électrique est plus difficile pour effectuer le polissage puis l'attaque électrolytiques, la résine étant conductrice pour des intensités rencontrées dans un MEB. Les échantillons ont de ce fait été attaqués à l'eau régale, mélange de 1/3 d'acide nitrique et 2/3 d'acide chlorhydrique. La concentration de cette solution à 1,0 mol.L^{-1} entraîne une attaque des échantillons en moins de 4 secondes.

2.3.3.2. Microscopie optique

Les observations préliminaires et de contrôles des échantillons ont été effectuées sur un microscope optique Zeiss AXIO Image M2m. Les images de microscopie optique, en couleur ou en noir et blanc, ont été enregistrées à l'aide d'une caméra Zeiss AXIO Cam ICc5.

Ces observations ont permis dans un premier temps de contrôler la qualité du polissage comme exposé en **2.3.3.1.3**, puis de déterminer une zone intéressante pour l'analyse EBSD.

Les images MO sont prises avec la direction de construction vers le haut de l'image.

2.3.3.3. Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

2.3.3.3.1. Principe général de la microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'imagerie et d'étude de microstructure qui s'est beaucoup démocratisée au cours des 15 dernières années. La principale différence par rapport à la microscopie optique réside dans l'utilisation d'un faisceau d'électrons et non de lumière visible.

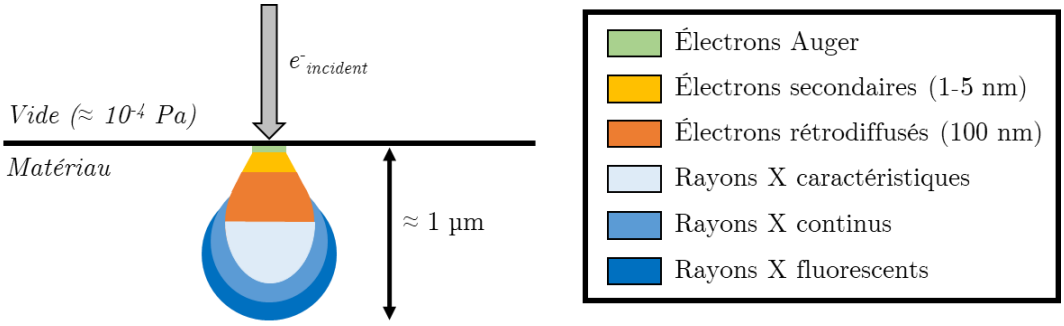


Figure 2.17 - Poire d'interaction entre le faisceau d'électrons incident et la matière analysée.

Comme exposé en **Figure 2.17**, le faisceau d'électrons pénètre sur une profondeur de 1 µm environ. L'interaction entre le faisceau et la matière produit alors différents rayonnements qui permettent de tirer différentes informations du matériau :

- Électrons secondaires (SE) : Les électrons secondaires sont issus de l'interaction inélastique dans l'ensemble de la poire d'interaction. Mais, seules les interactions s'effectuant dans une couche comprise entre 1 et 5 nm de profondeur aboutissent à l'émission d'électrons hors de la matière et par conséquent détectables. Les électrons secondaires sont utilisés pour évaluer principalement la topographie de l'échantillon, après une attaque chimique par exemple.
- Électrons rétrodiffusés (BSE) : Contrairement aux électrons secondaires, ils sont issus de l'interaction élastique entre le faisceau et le matériau. L'analyse des électrons rétrodiffusés (BSE) permet avant tout de déterminer des contrastes chimiques car plus les atomes ont un numéro atomique élevé, plus ceux-ci produiront d'électrons rétrodiffusés. Cette analyse est également sensible dans une moindre mesure aux orientations cristallographiques, ce qui peut permettre la détection des joints de grains ou de macles.
- Rayons X : Sous le rayonnement du faisceau d'électrons, un atome peut être alors dans un état excité. Un rayonnement X est alors émis lors de la désexcitation de l'atome et le retour de l'électron excité à son état fondamental. Pour analyser les caractéristiques du rayonnement X, un spectromètre à sélection d'énergie (EDX ou EDS – Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy) est utilisé. Cette analyse permet alors de déterminer la composition chimique de la zone analysée, qui peut aller jusqu'à quelques micromètres de profondeur, de manière qualitative, voire même quantitative.

2.3.3.3.2. Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)

Diverses méthodes d'analyse peuvent permettre de remonter à l'orientation cristalline et les phases présentes dans une microstructure donnée. Néanmoins, depuis les années 1990, une méthode s'est particulièrement développée et démocratisée : la Diffraction d'Électrons Rétrodiffusés ou Electron

BackScatter Diffraction en anglais (EBSD). Deux schémas résumant le dispositif EBSD et le principe de cette méthode de mesure sont exposés en **Figure 2.18**.

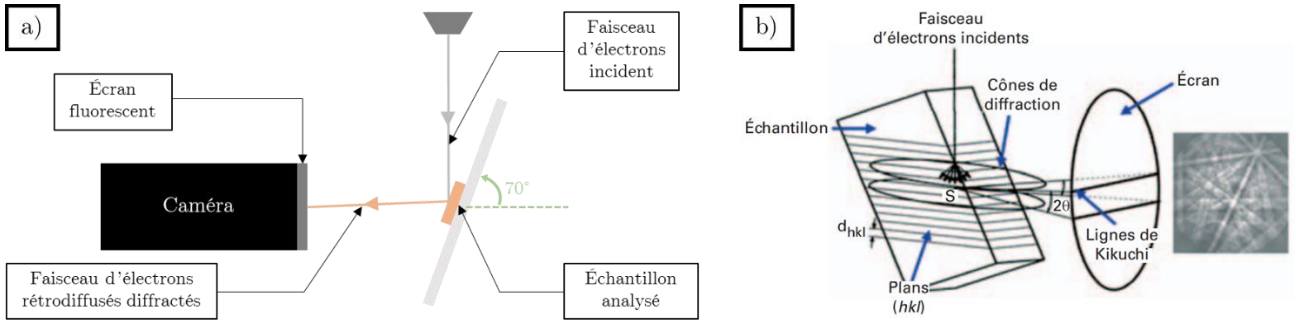


Figure 2.18 - a) Schéma du dispositif de mise en œuvre d'une analyse EBSD.
b) Schéma de principe de la mesure EBSD avec enregistrement des diagrammes de Kikuchi [200].

Cette technique est essentiellement implantée sur un MEB, qui nécessite alors l'installation d'une caméra à bas niveau de lumière couplée à un écran fluorescent. L'échantillon analysé est placé sur une platine d'observation inclinée à 70° par rapport à l'horizontale. Cet angle de 70° a été déterminé puis confirmé par des simulations Monte Carlo afin d'obtenir un maximum de rendement de rétrodiffusion sur l'écran. Un faisceau d'électrons incident d'énergie suffisante (15 à 30 keV) impacte l'échantillon qui va émettre un faisceau d'électrons rétrodiffusés diffractés capté par un écran fluorescent.

Si la technique EBSD s'est fortement étendue à partir des années 1990-2000, les premiers clichés de diffraction électronique ont été observés en 1967. Mais d'un point de vue plus théorique, le phénomène physique de diffraction d'électrons a été découvert dès 1928 par Nishikawa et Kikuchi [201]. Les électrons rétrodiffusés diffractent avec les plans cristallins du matériau. Pour des raisons statistiques de largeur du domaine angulaire du faisceau incident, les conditions de Bragg sont nécessairement remplies pour certains électrons avec les plans atomiques. La projection du cône de diffraction émis sur l'écran fluorescent, comme schématisé en **Figure 2.18**, forme des diagrammes dits de Kikuchi, composés de bandes ou lignes correspondant aux plans cristallographiques. Les électrons qui participent à la formation de ces lignes de Kikuchi ont une énergie qui est proche de l'énergie des électrons issus du faisceau incident.

Ce sont ces diagrammes de Kikuchi qui forment les données brutes d'une analyse EBSD. En effet, pour chacune des positions de la surface analysée qui est discrétisée en pixels, un diagramme de Kikuchi est enregistré, d'où la longueur des analyses. L'analyse de ces diagrammes permet de dégager deux informations importantes :

- L'orientation cristalline et la phase : les diagrammes de Kikuchi doivent être « indexés » à partir d'une banque de données reliant forme du diagramme et phase/orientation de la maille cristalline. Cette étape d'indexation est à l'heure actuelle grandement accélérée par le caractère mathématique et surtout automatique de celle-ci. Cette étape permet alors dans un premier temps de déterminer les angles d'Euler, φ_1, Φ et φ_2 en notation de Bunge de l'espace d'Euler, qui permettent de repérer l'orientation de la maille pour un pixel donné. Par la suite, diverses informations peuvent être dégagées comme la reconstruction des grains, la texture cristallographique (représentation statistique de l'orientation cristalline), ou encore une cartographie de joints de grains. L'indexation de ces bandes est une des difficultés de cette

méthode d'analyse. Elle est essentiellement tributaire de la qualité de préparation de la surface analysée, mais aussi du niveau de désorientation cristalline au sein de la maille analysée.

- L'Indice de Qualité (IQ) : autrement dénommé « Contraste de Bandes », il représente la qualité du diagramme de diffraction et la certitude dans l'indexation du diagramme de Kikuchi pour un pixel donné. Un IQ faible reflète alors une difficulté d'indexation pour un pixel donné qui peut provenir d'une désorientation importante induite par une déformation de la maille, ou de la présence d'un joint. La cartographie IQ peut ainsi être considérée comme représentative dans certains cas de la microstructure analysée, représentée alors en niveau de gris.

La préparation de l'échantillon est une étape primordiale pour l'analyse EBSD. Le protocole présenté en **2.3.3.1** permet de minimiser les biais expérimentaux, en particulier la présence de rayures.

2.3.3.3.3. Caractéristiques des MEB utilisés

Deux MEBs ont été utilisés au cours de cette thèse :

- TESCAN VEGA-3 : MEB possédant un filament en Tungstène. Simple d'utilisation, il possède une résolution limitée, le grandissement maximal possible étant x4000. De plus, l'intensité du faisceau d'électrons est limitée et la stabilité du faisceau dans le temps à haute intensité (10 nA) est moyenne.
- JEOL-7000F : MEB possédant une source FEG (Field Emission Gun). Plus complexe d'utilisation, il possède une bien meilleure résolution. Des particules de quelques dizaines de nanomètres peuvent être correctement résolues avec un grandissement pouvant atteindre x70000.

La fixation mécanique et le contact électrique des échantillons à la platine du MEB sont réalisés avec une solution de laque d'argent fournie par Oxford Instruments. Afin de réduire la pollution de la colonne des MEB, les échantillons sont mis à sécher au minimum 12h avant introduction dans la chambre du MEB.

Comme pour les observations MO, les échantillons sont placés de telle sorte que la direction de construction soit colinéaire à l'axe $\mathbf{Y}_{EBSD}$ du MEB, qui est dans la hauteur des images MEB présentées dans ce manuscrit. Sur une cartographie EBSD, l'axe $\mathbf{X}_{EBSD}$ est à l'horizontale, l'axe $\mathbf{Y}_{EBSD}$ à la verticale et l'axe $\mathbf{Z}_{EBSD}$ dans l'épaisseur.

2.3.3.3.4. Analyses effectuées et paramètres de post-traitement

Tout d'abord, les échantillons ont été observés en électrons secondaires, pour la topographie, et en électrons rétrodiffusés, pour les contrastes chimiques et les changements d'orientation cristallographique.

Les analyses EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) ont été effectuées exclusivement sur le MEB FEG pour déterminer certaines compositions chimiques élémentaires avec une tension d'accélération de 15 kV et une intensité de 4 nA. Les analyses se composent de pointés, de profils et de cartographies EDX.

Les deux MEB mentionnés sont équipés de détecteurs EBSD (Electron BackScatter Diffraction) fournis par Bruker. Pour les deux MEB, une tension d'accélération de 15 kV a été utilisée, ainsi qu'une intensité de courant comprise entre 9 et 12 nA. La distance de travail (WD) est limitée pour des valeurs situées entre 15 et 17 mm. Le temps d'intégration est fixé de telle sorte que l'indexation de la cartographie soit suffisante, en particulier pour les microstructures laminées, sans pour autant que l'acquisition ne soit trop longue. En effet, la durée maximale d'une cartographie sur

le MEB Tescan a été fixée à 7h-8h compte tenu de la stabilité du faisceau. Sur le MEB FEG, elle a été fixée à 18h. La résolution des cartographies est fixée à 1024 x 768 pixels. Plusieurs grandissements ont été utilisés afin de déterminer plusieurs caractéristiques microstructurales :

- Des grandissements allant de x110 à x350, qui correspondent à des surfaces analysées d'environ 1 mm^2, permettent d'évaluer les distributions de taille de grains. Ces cartographies, qui ne requièrent pas une résolution très importante, ont été menées en grande majorité sur le MEB Tescan. Cela a permis en plus de s'affranchir de la présence des macles mécaniques dans la détermination des distributions des tailles de grain car elles ne sont pas indexées par ce MEB à cause de leur faible dimension.
- Des grandissements allant de x500 à x2000, qui correspondent à des surfaces analysées de 100x100 μm^2, permettent de résoudre correctement les macles mécaniques. Ces cartographies, réalisées sur le MEB FEG, permettent également de déterminer le pourcentage de surface maclée, défini ici comme le rapport entre les surfaces cumulées des grains maclés sur la surface totale.

Le pas d'analyse EBSD varie de 0,04 à 1,0 µm selon les grandissements utilisés. Une moyenne sur 2 ou 3 acquisitions par pixel a pu être utilisée pour atteindre une meilleure résolution. Au total, entre 3 et 5 cartographies EBSD ont systématiquement été réalisées sur chacun des échantillons analysés au cours de cette thèse.

Le post-traitement des données EBSD a été réalisé sur deux logiciels :

- Logiciel Esprit 2.0 de Bruker : Il a été utilisé tout d'abord pour le nettoyage des cartographies EBSD avec l'élimination des points aberrants et une extrapolation des résultats pour certains points non-indexés. Les grains ont été définis pour un angle de désorientation des joints supérieur à 10°, comme défini par Wang et al. [133]. Les joints Σ3 ont été considérés comme joints de grains car la très grande majorité des joints Σ3 observés le sont sur les analyses à petits grandissements, en particulier sur les microstructures Praxair comme exposé en **3.3.3**. Ce logiciel a permis de déterminer les distributions de taille de grain en pondération surfacique, les distributions de rapport d'aspect des grains, ainsi que leurs orientations spatiales sur la cartographie. La texture dominante a également été déterminée, ainsi que les phases en présence.
- Logiciel OIM de EDAX : Il a été essentiellement utilisé pour déterminer l'indice de texture, *IT*, qui décrit le degré de texturation de la microstructure étudiée. Une analyse par la méthode harmonique a été effectuée, jusqu'au $34^{ème}$ ordre. L'indice de texture ainsi extrait donne une indication fiable sur l'intensité de la texture développée, même s'il sous-estime l'intensité des textures très accusées.

Des protocoles de post-traitement légèrement différents ont été utilisés pour la détermination des variants de maclage activés et des pourcentages de recristallisation. Ces protocoles seront décrits au début des parties correspondantes **4.4** et **5.1.4.1**.

Enfin le MEB FEG a été utilisé pour l'analyse des faciès de rupture de plusieurs éprouvettes brutes de fabrication et laminées.

2.3.4. Essais mécaniques

2.3.4.1. Essais de macro-dureté (HV)

Les essais de micro-dureté Vickers ont été effectués sur un appareil BUEHLER DVK2S. Les essais ont été menés avec une charge de 10kg, appliquée avec une vitesse de 200 µm/s et un temps de maintien de 15s.

Une grille de 10 relevés minimum a été utilisée ; chaque mesure est séparée des autres par une distance de 1,0 mm.

2.3.4.2. Mesure par ultrasons des modules d'élasticité et de Poisson

Certaines caractéristiques mécaniques, comme les modules de Young et de Poisson, peuvent être déterminées par une méthode de mesure non destructive. À cet effet, le dispositif RFDA (Resonant Frequency and Damping Analyser) de IMCE a été utilisé pour déterminer ces deux grandeurs.

Le principe de mesure repose sur l'excitation d'une plaque du matériau considéré, de dimensions 40 x 12 x 2 mm^3. Cette excitation produit des ondes acoustiques stationnaires dans le matériau qui sont enregistrées par un micro. Le traitement de ces enregistrements permet par la suite de déterminer les fréquences propres de résonnance ainsi que les coefficients d'amortissement pour les modes de vibration en flexion.

Par la suite, à partir de ces informations, les modules de Young et de Poisson peuvent être déduits d'après les informations de la norme ASTM E1876-15.

2.3.4.3. Essais de traction uni-axiale

L'essai de traction uni-axiale est un essai simple et efficace de contrôle de la tenue mécanique en statique des ébauches réalisées dans le cadre de cette thèse.

Ces essais ont été menés à température ambiante sur toutes les ébauches brutes, toutes les ébauches laminées à froid à 10% et 20% et sur une ébauche de nomenclature **SSH_T900_L20** (poudre SLM consolidée sur $SLM280_{HL}$, puis traitée à 900°C, puis laminée à 20%). Les ébauches concernées sont les ébauches de dimensions 60 x 20 x 15 mm^3 dont la microstructure a été analysée. Le matériau consolidé LPBF et le procédé de laminage à froid étant anisotropes [35,162,180], les propriétés en traction ont été étudiées dans trois directions différentes comme définies par les plans de prélèvement exposés en **Figure 2.19**. L'identification des directions testées sera définie en **3.4.1**.

Deux types d'éprouvettes ont été utilisées à cet effet :

- Des éprouvettes de type cylindrique, notées ***C***, de diamètre 3,0 mm, **Figure 2.19 b)**, ont été prélevées dans la longueur de l'ébauche. L'intérêt de ces éprouvettes est principalement de relier les résultats obtenus lors de cette thèse à ceux obtenus par Aziz Chniouel [5].
- Des éprouvettes de type plate, notées ***P***, **Figure 2.19 b)** permettent notamment de prélever et d'analyser les propriétés en traction dans l'épaisseur et la largeur de l'ébauche grâce à leur longueur totale de 14 mm. Pour le cas des éprouvettes verticales, des éprouvettes ***P*** ont été prélevées dans la même direction que les éprouvettes ***C*** afin de déterminer les éventuelles différences qu'induit le changement de type d'éprouvette.

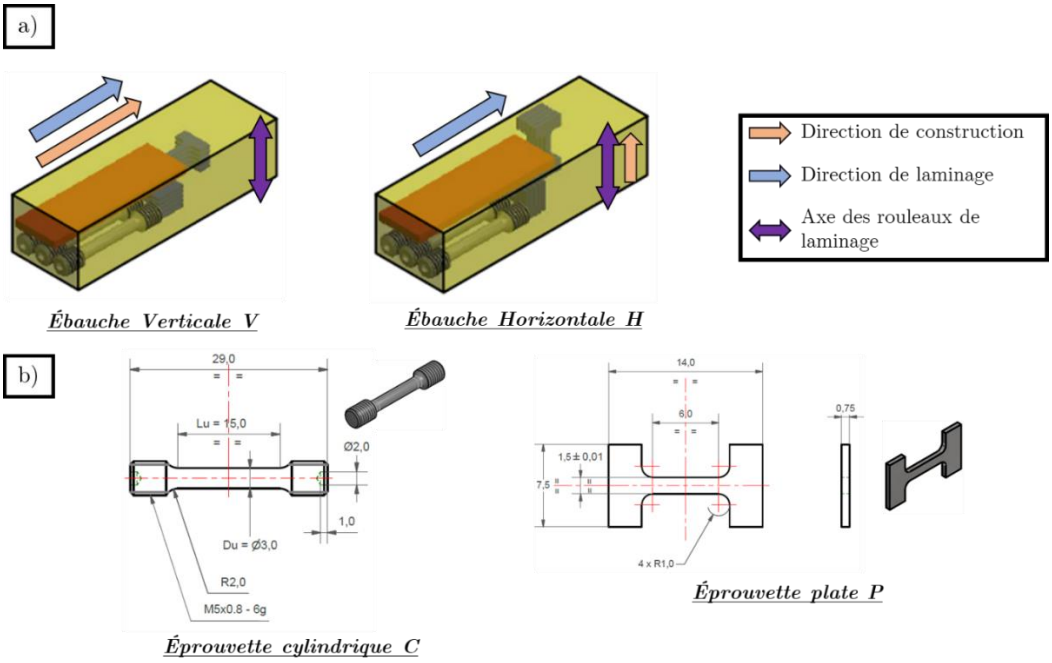


Figure 2.19 – **a)** Schémas de prélèvement des éprouvettes de traction pour les ébauches Verticales et Horizontales.
b) Plans des deux types d'éprouvettes utilisées, cylindrique et plate.

Trois éprouvettes ***C*** sont prélevées et analysées par ébauches. 2 x 5 éprouvettes ***P*** sont prélevées mais 2 x 3 seulement ont été testées, sauf pour l'ébauche **SSH_T900_L20** pour laquelle un seul groupe d'éprouvette ***P*** a été prélevé. Une quatrième éprouvette a été testée dans les cas pour lesquels les 3 éprouvettes seules ne permettent pas de dégager de tendance claire.

Les éprouvettes ***C*** ont été testées sur une machine INSTRON 4204 présente au SRMA/LTMEx. Les essais de traction sur les éprouvettes ***P*** ont été effectués sur une machine INSTRON 5800R équipée d'une cellule de force de 2 kN présente au SRMA/LC2M. La vitesse de déformation imposée pour tous les essais effectués est de 7.10^{-4} s^{-1}, vitesse couramment utilisée au CEA. La déformation a été mesurée à l'aide d'un extensomètre pour les éprouvettes ***C***. Compte tenu des faibles dimensions des éprouvettes ***P***, l'utilisation d'un extensomètre n'est pas possible. Dès lors, les courbes de traction utilisent le déplacement de la traverse et elles ont été corrigées après coup par le module de Young mesuré par ultrasons (cf **2.3.4.2**) pour s'affranchir du module de l'appareil de traction.

Outre les grandeurs usuelles déterminées suite à un essai de traction ($R_{p0,2}$, R_m, $A_{Rupture}$...), les courbes d'écrouissage ont également été calculées afin de déduire l'écrouissabilité du matériau à l'état brut et après les différents traitements. Le protocole de calcul de la courbe d'écrouissage sera explicité en **3.4.3.3**.

3. Propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier 316L L-PBF brut de consolidation

Cette partie se concentre essentiellement sur la présentation des propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier 316L L-PBF brut de construction, qui fait office de matière première pour le laminage à froid.

L'état de l'art a permis de mentionner l'importance de différents paramètres qui influencent la microstructure et la tenue mécanique des matériaux de nuance 316L consolidés par le procédé L-PBF. Parmi ces facteurs, ont été mentionnés :

- Les paramètres d'élaboration avec notamment la puissance du laser, la vitesse de balayage et l'épaisseur de la couche ;
- La stratégie de balayage du laser ;
- Les caractéristiques spécifiques des poudres de nuance 316L utilisées.

Ainsi, l'accent est dans un premier temps porté dans ce chapitre sur les influences des paramètres de consolidation et de la poudre de départ. Pour ce faire, deux poudres, dénommées SLM et Praxair, ainsi que deux machines, TruPrint série 1000 et SLM280^{HL}, ont été utilisées pour produire des ébauches par le procédé L-PBF. Le changement de machine de fabrication induit en effet une modification importante des paramètres de consolidation.

Les analyses microstructurales, essentiellement par EBSD, et les analyses des essais de traction uni-axiales offrent un éclairage intéressant sur les liens entre les propriétés microstructurales et mécaniques des matériaux consolidés, notamment concernant les modes de déformation activés. Ces informations et observations serviront de base pour l'étude des ébauches laminées qui sera exposée dans le chapitre **4**.

Remarques préliminaires

Cette section a pour but de définir certains paramètres qui seront utilisés dans le traitement des analyses EBSD exposées par la suite.

- Le rapport d'aspect d'un grain : sur le logiciel ESPRIT de Bruker, le grain est assimilé à une ellipse. Le rapport d'aspect d'un grain est alors défini comme le rapport entre le petit axe et le grand axe de l'ellipse PA/GA.
- L'angle Θ d'inclinaison du grain : il s'agit de l'angle entre le grand axe de l'ellipse et l'axe $\mathbf{X}_{\text{EBSD}}$ de l'analyse EBSD. Comme les analyses EBSD sont toutes effectuées dans le plan $\mathbf{Y}_{\text{EBSD}}$-$\mathbf{X}_{\text{EBSD}}$, un angle Θ de 90° indique que le grand axe de l'ellipse est aligné selon la direction $\mathbf{Y}_{\text{EBSD}}$ = **BD**.

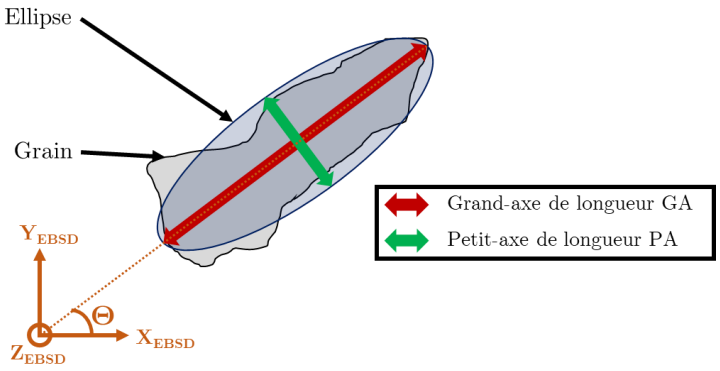


Figure 3.1 - Schéma de principe de l'approximation d'un grain par une ellipse et définition de l'angle d'inclinaison du grain.

À cet effet, le grain est approché par une ellipse. Cette approximation peut induire une potentielle erreur lorsque les grains sont de géométrie concave.

Comme indiqué dans le chapitre **Méthodes expérimentales**, deux poudres de nuance 316L sont utilisées pour cette étude, dont les influences avaient été étudiées par A. Chniouel lors de sa thèse [11] : une poudre fournie par la société SLM Solutions GmbH, dénommée SLM, et une poudre fournie par Praxair Inc., dénommée Praxair. Deux machines ont été utilisées : la TruPrint série 1000 et la SLM 280_{HL}.

3.1. Propriétés des poudres

La poudre métallique constitue la matière première utilisée pour le procédé L-PBF et, dans le cadre de ses travaux, A. Chniouel a démontré que les caractéristiques des poudres ont une influence significative sur les propriétés finales des matériaux élaborés [11]. Cet impact ne sera ni discuté ni analysé en détail dans ce manuscrit mais il est important néanmoins de caractériser les poudres initiales utilisées. Certaines propriétés morphologiques et chimiques ont été analysées sur des poudres neuves, tamisées avec un tamis de 200 µm pour briser les agrégats et placées à l'étuve à 70°C pendant 24h pour éliminer l'humidité.

3.1.1. Granulométrie et densité tapée

Les distributions granulométriques des particules de poudre, mesurées par granulométrie laser (cf. **2.3.1.1**), sont présentées en **Figure 3.2**.

Les distributions des fréquences cumulées entre les deux poudres sont similaires. Cette similarité se retrouve dans les valeurs caractérisant ces distributions :

- $d_{10}(SLM)$ = 22,0 µm / $d_{10}(Praxair)$ = 22,8 µm
- $d_{50}(SLM)$ = 31,0 µm / $d_{50}(Praxair)$ = 31,8 µm
- $d_{90}(SLM)$ = 44,6 µm / $d_{90}(Praxair)$ = 46,0 µm

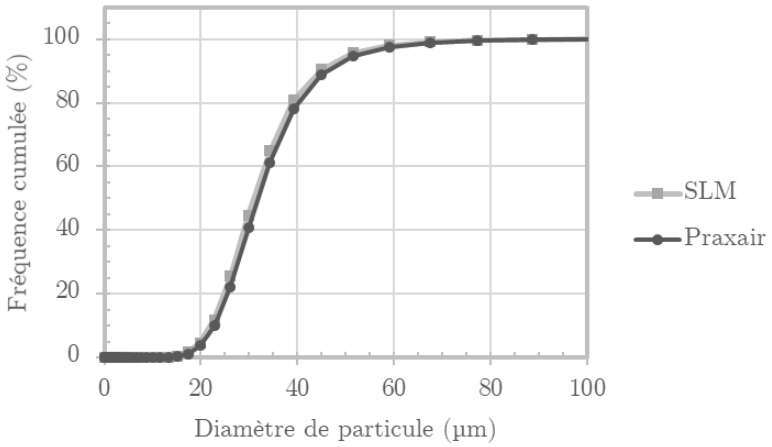


Figure 3.2 - Fréquence cumulée de la taille des particules des deux poudres 316L commerciales utilisées : SLM et Praxair.

Les caractéristiques granulométriques indiquent que près de 95% des particules ont un diamètre inférieur à 50 µm sur la poudre neuve. Par conséquent, l'ajout de poudre neuve à la poudre recyclée tamisée à 50 µm lors du procédé évoqué en **2.1.1.2** n'entraîne pas de bi-modalité de la distribution de taille de particules mentionnée par Tan et al. [87].

Comme les épaisseurs de couches utilisées pour la consolidation sont de 20 µm et 30 µm, le critère de Spierings et al. [90], tel que d_{90} est faible devant l'épaisseur de couche, n'est ici pas totalement respecté. Enfin, si la distribution de taille des particules de poudre Praxair est la même que celle mentionnée par A. Chniouel [11], ce dernier présente toutefois une distribution pour la poudre SLM centrée autour de 37 µm.

La densité tapée ou tassée des poudres a été déterminée selon le protocole exposé en **2.3.1.1** et les résultats sont mentionnés en **Tableau 3.1**. Cette analyse permet de déterminer l'indice de Hausner, qui complète l'analyse effectuée par A. Chniouel.

Poudre	***Densité réelle (g.cm⁻³)***	***Densité apparente (g.cm⁻³)***	***Densité tapée (g.cm⁻³)***	***Indice de Hausner***
SLM	7,97	3,22	3,58	1,11
Praxair	7,99	3,06	3,42	1,12

Les densités réelles ont été reprises à partir de l'étude d'A. Chniouel [11].

Tableau 3.1 - Caractéristiques des poudres commerciales SLM et Praxair avec le calcul de l'indice de Hausner.

Les indices de Hausner des deux poudres sont alors inférieurs à 1,2 ce qui serait le signe d'une bonne coulabilité. Cette observation va à l'encontre de celles effectuées par A. Chniouel [11]. En effet, il avait mentionné plutôt une mauvaise coulabilité des poudres et la présence de nombreux satellites en surface des poudres qui peuvent altérer également la coulabilité.

Pour cette étude, l'indice de Hausner semble de ce fait erroné car donnant des résultats contradictoires avec les autres indicateurs de coulabilité. Une explication réside dans le caractère empirique de l'utilisation de l'indice de Hausner pour déterminer la coulabilité d'une poudre. De fait, l'utilisation seule de cet indice n'est pas suffisamment fiable dans notre cas et doit être couplée à d'autres méthodes d'analyse comme le cône de Hall ou la mesure de l'angle de talus.

3.1.2. Composition chimique des poudres

La composition chimique des poudres étudiées est reportée en **Tableau 3.2**.

	Pourcentage massique (%)						Ppm massique (ppm) 5% d'incertitude			
Éléments	**Cr**	**Ni**	**Fe**	**Mo**	**Si**	**Mn**	**Cu**	**N**	**O**	**C**
SLM	17,7 ± 0,9	13,0 ± 1,6	Base	2,0 ± 0,2	0,8 ± 0,1	0,6 ± 0,1	440	1226	444	200
Praxair	16,8 ± 0,8	12,2 ± 0,6	Base	2,4 ± 0,3	0,7 ± 0,1	1,1 ± 0,1	260	130	520	< 50

Les éléments majeurs et mineurs ont été mesurés respectivement par ICP-OES (Spectrométrie à plasma à couplage inductif) et par GD-MS (spectrométrie de masse à décharge luminescente) dans la cadre de la thèse d'E. de Sonis. Les teneurs en oxygène et en azote ont été déterminées par analyseur chimique sur une moyenne de 10 mesures. La teneur en carbone est celle donnée par le fournisseur.

Tableau 3.2 - Composition chimique des poudres SLM et Praxair.

Ces valeurs sont dans l'ensemble cohérentes avec celles mesurées par A. Chniouel [11], sauf pour le taux massique en cuivre qui avait été mesuré à plus de 2000 ppm en massique. Des différences notables de composition chimique sont à noter entre les poudres SLM et Praxair, notamment concernant les teneurs massiques de cuivre, de carbone et d'azote. Enfin, la teneur en azote de la poudre SLM n'est pas compatible avec les spécifications de la norme RCC-MRx pour la nuance 316L.

La teneur en azote extrêmement faible dans la poudre Praxair est expliquée par le procédé d'atomisation de cette poudre. En effet, elle est atomisée sous une atmosphère d'argon alors que la poudre SLM l'est sous une atmosphère d'azote.

3.2. Effet d'un changement de machine et des paramètres de consolidation sur les propriétés microstructurales de l'acier 316L L-PBF

Cette sous-section se concentre sur la consolidation de la poudre SLM sur les deux machines utilisées dans cette thèse : la TruPrint série 1000 et la SLM280^{HL}. Comme mentionné en **2.1**, ce

changement de machine s'accompagne d'un changement de paramètres de construction, notamment la stratégie de balayage. Comme il s'agit ici d'une étude sur les ébauches brutes, les axes *ND* et *TD* ne sont aucunement relatifs à des axes de laminage.

3.2.1. Consolidation de la poudre SLM sur la TruPrint série 1000

3.2.1.1. Propriétés microstructurales

Pour analyser les propriétés microstructurales de l'acier SLM brut de consolidation sur cette machine, des barreaux cylindriques de 10 mm de diamètre ont été construits et sont présentés en **Figure 2.2 b)**. La microstructure de cet acier est présentée en **Figure 3.3** par une observation au microscope optique (MO) et par une cartographie IPF-Z. L'acier obtenu est de phase 100% austénitique.

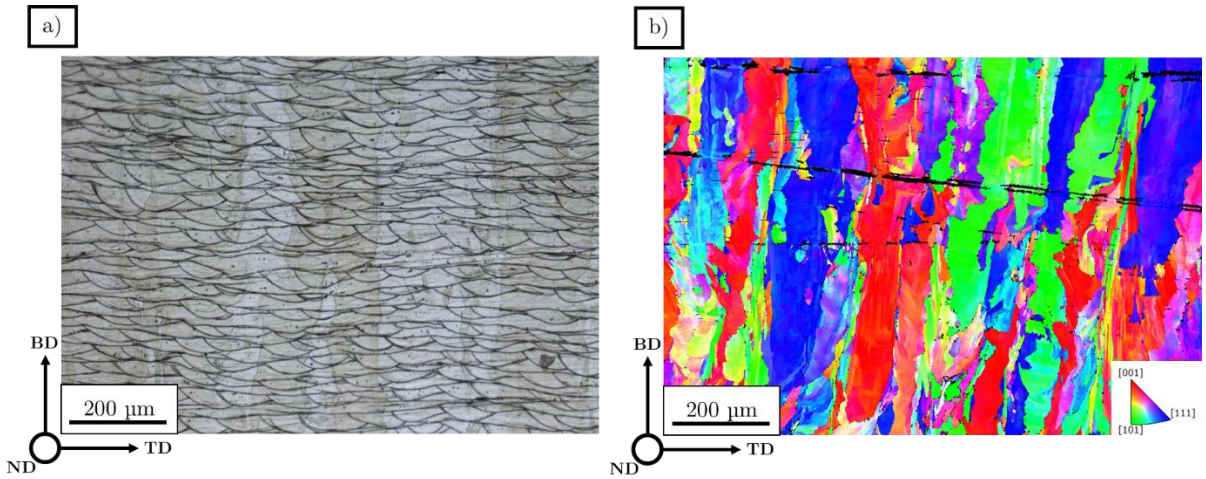
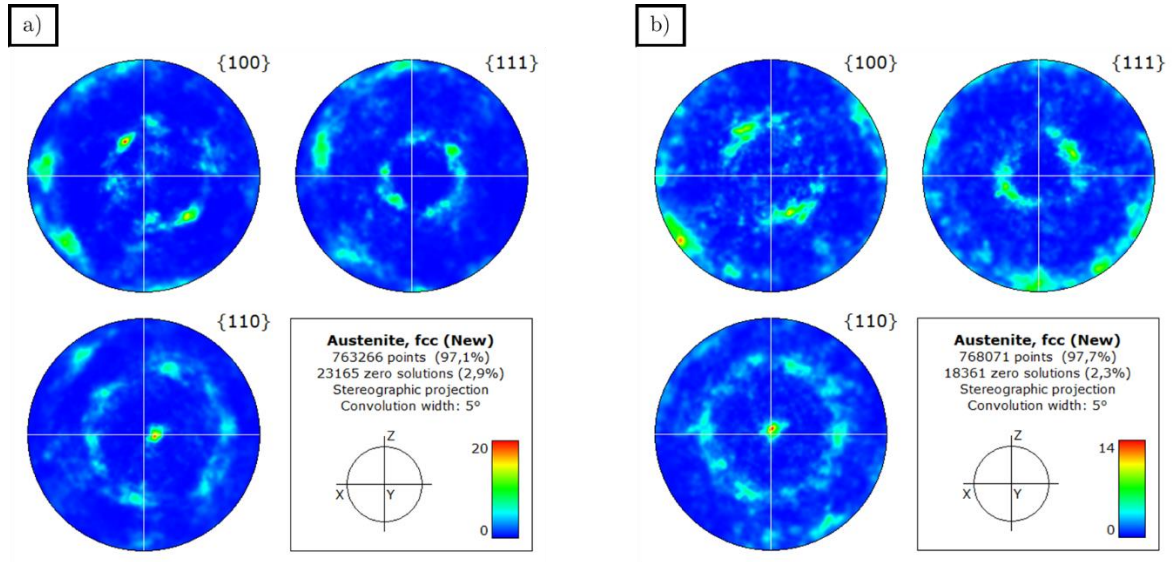


Figure 3.3 - **a)** Micrographie optique de la microstructure d'un acier SLM consolidé sur la TruPrint série 1000 de l'échantillon **TS**.
b) Cartographie EBSD en figure de pôle inverse selon Z=ND (IPF-Z) de la section transverse (BD x TD).

La microstructure brute de la poudre consolidée montre de longs grains colonnaires dans la direction de construction. Si la taille moyenne de grains en pondération surfacique vaut 102 ± 2 µm pour une analyse sur 559 grains, la longueur des plus grands grains peut dépasser les 400-500 µm. Les grains traversent plusieurs bains de fusion, signe d'une forte croissance par épitaxie. Le caractère colonnaire des grains selon *BD* se retrouve dans les valeurs du rapport d'aspect moyen qui vaut 0,29 ± 0,01 et de l'angle moyen Θ de l'ordre de 77,4 ± 0,1°.

La microstructure présente une forte texture cristallographique ⟨110⟩ selon la direction de construction *BD*, comme le montre la **Figure 3.4 a)**, avec un indice de texture *IT* élevé à 7,29.

Les propriétés évoquées pour cette microstructure sont en adéquation avec les propriétés observées le plus souvent pour l'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF.



*La **Figure 3.4 b)** est donnée ici à titre de comparaison. Elle sera décrite plus en détail et interprétée dans le paragraphe 3.3.1.2.*

Figure 3.4 - **a)** Figures de pôles de l'échantillon **TS**.
b) Figures de pôles de l'échantillon **SS**.

3.2.1.2. Porosité et encombrement de plateau

Si la consolidation de barreaux circulaires fins aboutit à l'obtention de pièces denses présentant une densité relative de 99,7%, la production de pavés plus volumineux de dimension 60 x 20 x 15 mm^3 peut, sous certaines conditions, aboutir à des ébauches ayant une porosité accrue comme le montre la **Figure 3.5 a)**. Les différentes porosités détectées sont dues dans une écrasante majorité à des éjectas produits lors de la consolidation de la poudre par le laser (cf. **Figure 3.5 b)**).

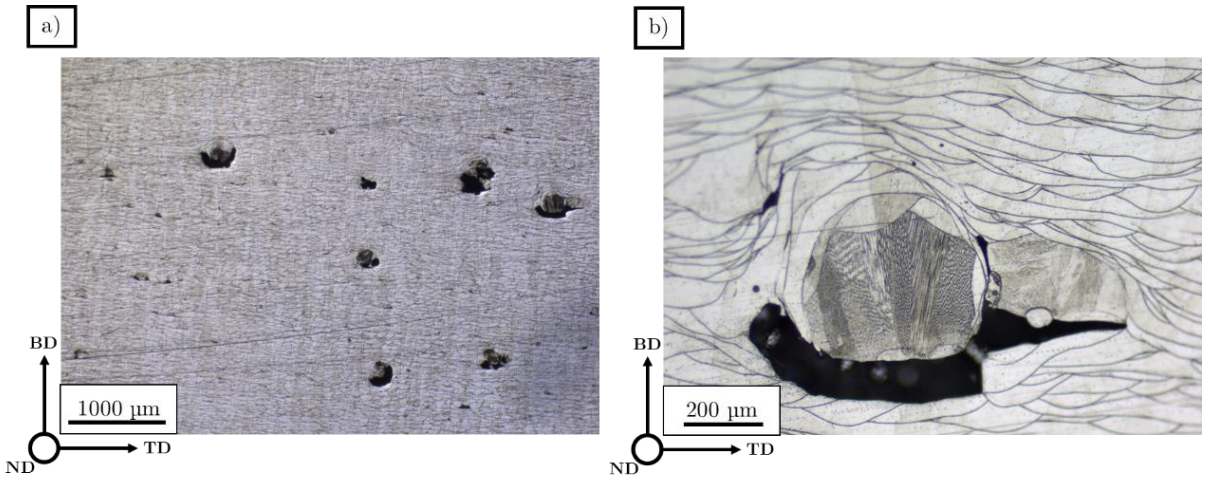


Figure 3.5 - **a)** Micrographie optique de la microstructure d'un acier SLM consolidé sur la TruPrint série 1000 – **TS** présentant des problèmes de porosité.
b) Micrographie optique d'une particule d'éjecta dans la microstructure du même échantillon.

Les pavés sur lesquels ces porosités sont observées sont des ébauches construites sur des plateaux qui avaient été optimisés pour contenir le plus de pièces possibles avec un écartement minimum entre les pièces de 0,8 cm. Ainsi, la consolidation de trop nombreuses pièces sur un même

plateau de construction provoque une pollution des pièces par les éjectas des pièces adjacentes. Une solution est d'augmenter l'intensité du flux d'argon pour évacuer de manière plus efficace ces particules. Mais ce flux ne doit pas être trop important, auquel cas il balaierait également une partie du lit de poudre. Dans le cas présent, la réduction du nombre d'ébauches consolidées et l'augmentation de l'espacement entre celles-ci permettent d'éliminer ce problème, au prix d'une perte en productivité.

3.2.2. Consolidation de la poudre SLM sur la SLM280HL

3.2.2.1. Analyse chimique et densité relative de l'acier consolidé

La composition chimique de l'acier consolidé à partir de la poudre SLM sur la machine $SLM280_{HL}$ est exposée dans le **Tableau 3.3**.

	Pourcentage massique (%)						Ppm massique (ppm) 5% d'incertitude			
Éléments	**Cr**	**Ni**	**Fe**	**Mo**	**Si**	**Mn**	**Cu**	**N**	**O**	**C**
Poudre SLM	17,7 ± 0,9	13,0 ± 1,6	Base	2,0 ± 0,2	0,8 ± 0,1	0,6 ± 0,1	440	1226	444	200
Acier SLM	17,7 ± 0,9	11,9 ± 1,2	Base	2,4 ± 0,2	0,4 ± 0,1	0,8 ± 0,1	471	847	311	185

*Même conditions que pour les valeurs du **Tableau 3.2**.*

Tableau 3.3 - Composition chimique de l'acier SLM consolidé sur la SLM 280_{HL}, avec un rappel de la composition chimique de la poudre SLM.

De fait, la consolidation de la poudre SLM entraîne une perte en éléments légers comme le silicium, l'azote ou l'oxygène alors que les teneurs massiques des éléments lourds, comme le cuivre ou les éléments majeurs, restent stables. La baisse de la teneur massique en oxygène indique la limitation de la pollution de la chambre de construction par l'atmosphère ambiante. La perte en éléments légers permet par ailleurs à l'acier 316L SLM de respecter la norme RCC-MRx par rapport à la teneur massique d'azote, contrairement à la poudre initiale.

L'analyse de la densité par la méthode d'Archimède indique que la densité relative moyenne sur 11 ébauches de dimensions 60 x 20 x 15 mm^3 est de 99,73 ± 0,01 %, une valeur similaire à la consolidation par la machine TruPrint série 1000.

3.2.2.2. Propriétés microstructurales

La microstructure de l'acier SLM consolidé sur la SLM 280_{HL} présente également des grains colonnaires allongés dans la direction de consolidation *BD*.

Les tailles de grains sont plus faibles que pour l'acier SLM consolidé sur la TruPrint série 1000. En effet, la taille moyenne de grains s'élève à 86,2 ± 2,5 µm et les grains dont la longueur dépasse les 300 µm sont plus rares. Les valeurs de rapport d'aspect moyen, 0,34 ± 0,01, et d'angle Θ, de l'ordre de 72,0 ± 0,6 °, soulignent le caractère moins colonnaire des grains. Ces mesures ont été effectuées sur trois analyses EBSD réparties sur deux échantillons distincts et chacune des analyses EBSD comprend 600 grains environ.

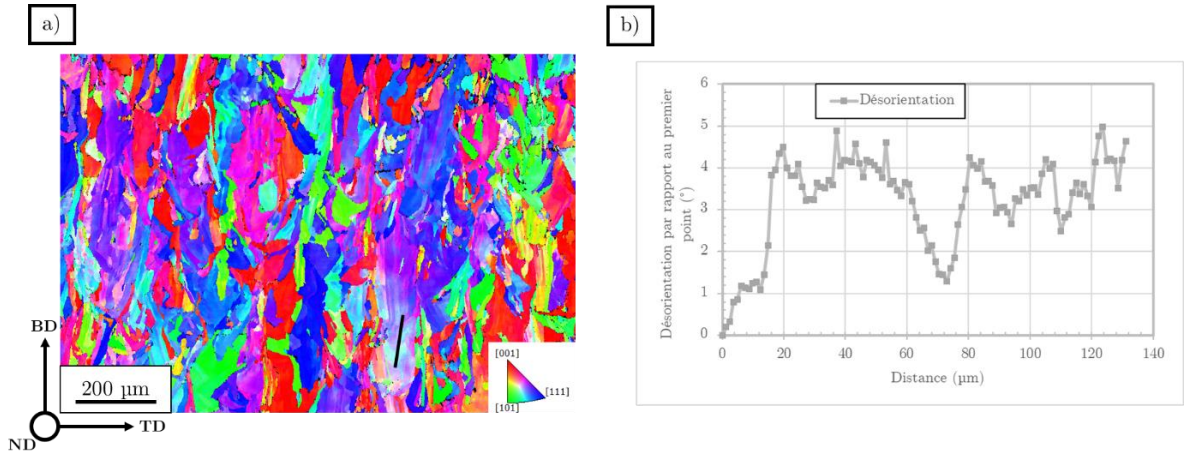


Figure 3.6 - **a)** Cartographie EBSD en figure de pôle inverse selon X=TD (IPF-X) de la section transverse (BD x TD) de l'échantillon **SS**.
b) Profil de désorientation par rapport au premier point le long de la ligne noire de l'IPF-X.

La microstructure présente toujours une forte texture cristallographique ⟨110⟩ selon la direction de construction *BD*, comme le montre la **Figure 3.4 b)**. Elle est malgré tout moins intense avec un indice de texture s'élevant à 5,09.

Au regard de cette microstructure, qui est 100% austénitique, une désorientation importante à l'intérieur des grains comme indiqué en **Figure 3.6 b)** est observée. Cette désorientation est le signe d'une présence importante de sous-joints faiblement désorientés (2-15°), autrement désignés sous l'acronyme anglais LAGB (Low-Angle Grain Boundary). Cet aspect sera plus développé au paragraphe **3.3.1.2** lors de la comparaison des propriétés microstructurales de cet acier avec celles de l'acier consolidé à partir de la poudre Praxair.

3.2.3. Lien entre différences microstructurales et paramètres procédés

Comme indiqué dans le chapitre 2, le changement de machine s'accompagne d'un changement des paramètres de consolidation :

- TruPrint série 1000 : stratégie en méandre avec une rotation d'angle 90° entre chaque couche et E_v = 123 J.mm^{-3}.
- SLM280^{HL} : stratégie en bandes parallèles de 7 mm de largeur avec une rotation de 67° entre chaque couche accompagnée d'une translation du maillage et E_v = 77,8 J.mm^{-3}.

Comme le Hatch Distance (*HD*) reste comparable entre les deux stratégies, la différence entre les deux énergies volumiques est essentiellement portée par la réduction de l'épaisseur de couche qui varie de 20 µm sur la TruPrint série 1000 à 30 µm sur la SLM280. L'observation de grains plus colonnaires et plus longs et d'une texture ⟨110⟩ plus intense pour l'acier consolidé sur la TruPrint série 1000 indique une croissance par épitaxie plus intense, ce qui est en accord avec les résultats de Montero-Sistiaga et al. [149] et de Kurzynowski et al. [150]. Par ailleurs, l'angle de rotation entre chaque couche et la translation du motif permettent de « casser » la croissance épitaxiale et de réduire

encore plus la texture et le caractère colonnaire des grains. Ce changement de paramètres est une potentielle explication de la différence microstructurale entre deux aciers consolidés à partir de la même poudre.

3.3. Effet d'un changement de poudre sur les propriétés microstructurales de l'acier 316L consolidé par L-PBF

La poudre Praxair a été consolidée sur la machine SLM 280_{HL} avec les mêmes paramètres que la poudre SLM sur cette même machine. Par conséquent, les différences microstructurales observées entre les échantillons **SS** et **SP** ne sont dues qu'au changement de poudre.

3.3.1. Consolidation de la poudre Praxair sur la SLM280HL

3.3.1.1. Analyse chimique et densité relative de l'acier consolidé

La composition chimique de l'acier consolidé à partir de la poudre Praxair sur la machine $SLM280_{HL}$ est exposée dans le **Tableau 3.4**.

	Pourcentage massique (%)						Ppm massique (ppm) 5% d'incertitude			
Éléments	**Cr**	**Ni**	**Fe**	**Mo**	**Si**	**Mn**	**Cu**	**N**	**O**	**C**
Poudre Praxair	16,8 ± 0,8	12,2 ± 0,6	Base	2,4 ± 0,3	0,7 ± 0,1	1,1 ± 0,1	260	130	520	< 50
Acier Praxair	16,6 ± 0,8	12,0 ± 0,6	Base	2,6 ± 0,3	0,6 ± 0,8	1,2 ± 0,1	71	97	425	40

Même conditions que pour les valeurs du ***Tableau 3.2****.*

Tableau 3.4 - Composition chimique de l'acier Praxair consolidé sur la SLM 280_{HL}, avec un rappel de la composition chimique de la poudre Praxair.

Les différences de compositions chimiques entre la poudre et l'acier consolidé concernent de nouveau essentiellement les éléments légers comme l'azote et l'oxygène. Une chute importante de la teneur en cuivre est observée, passant de 260 ppm dans la poudre à 71 ppm dans l'échantillon massif, ce qui constitue une différence notable par rapport à la consolidation de la poudre SLM. Comme le mentionnent DebRoy et al. [40], la consolidation d'une poudre lors du procédé L-PBF peut entraîner la perte en éléments d'alliage comme le chrome ou le manganèse. Le cuivre peut entrer en ligne de compte et subir le même effet dans le cas présent.

Comme indiqué pour la consolidation de la poudre SLM, l'absence d'augmentation de la teneur massique en oxygène indique que la pollution par cet élément lors de la consolidation reste contenue. De plus, ces analyses chimiques sur les aciers 316L consolidés indiquent que la différence chimique

principale observée entre les deux poudres, à savoir la teneur en azote, reste présente dans les aciers consolidés. Elle est même identique en valeurs relatives vu qu'elle se maintient d'un facteur 10 : 1226 ppm pour la poudre SLM contre 130 ppm pour la poudre Praxair, et 847 ppm pour l'acier SLM contre 97 ppm pour l'acier Praxair.

L'analyse de la densité par la méthode d'Archimède indique que la densité relative moyenne sur 5 ébauches de dimensions 60 x 20 x 15 mm^3 est de 99,77 ± 0,01 %, une valeur similaire à la valeur mesurée sur le matériau consolidé à partir de la poudre SLM avec les mêmes paramètres de fabrication.

3.3.1.2. Propriétés microstructurales

La microstructure consolidée de la poudre Praxair se révèle être très différente de la microstructure consolidée de la poudre SLM comme le montre les micrographies en **Figure 3.7**, bien que toujours 100% austénitique.

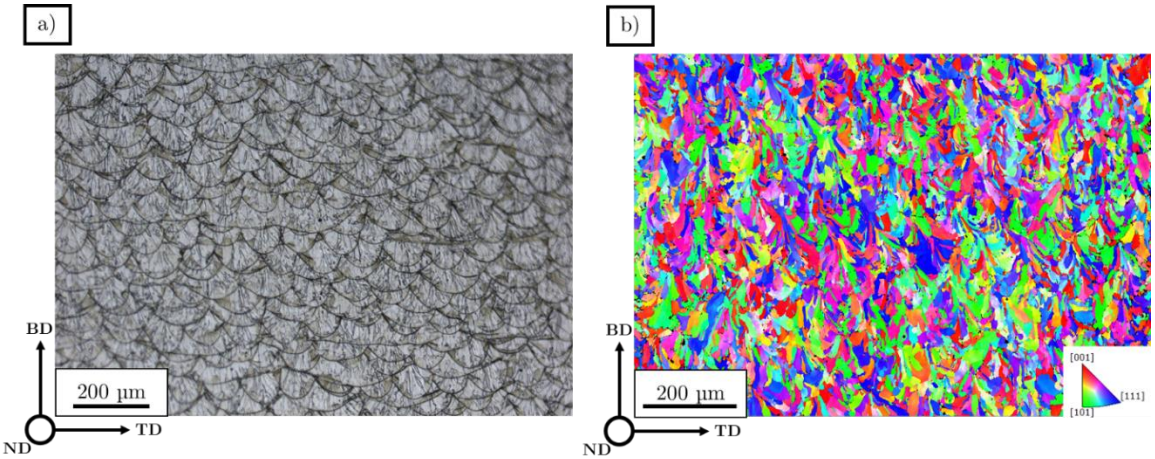


Figure 3.7 - **a)** Micrographie optique de la microstructure d'un acier Praxair consolidé sur la $SLM280^{HL}$ de l'échantillon **SP**.
b) Cartographie EBSD en figure de pôle inverse selon X=TD (IPF-X) de la section transverse (BD x TD).

L'acier Praxair présente une microstructure fine avec une taille moyenne de grains avoisinant 20,3 ± 0,1 µm, sur une analyse EBSD de 1103 x 827,2 $µm^2$ avec un pas de 0,74 µm par pixel, comprenant au total 7721 grains. Par ailleurs les grains peuvent être séparés en deux catégories : les grains confinés dans les bains de fusion et orientés dans le sens du gradient thermique, et les grains traversant les joints de bain qui sont le signe d'une croissance épitaxiale. La distribution de la taille des grains présentée en **Figure 3.8 a)** montre que la très grande majorité des grains a une dimension inférieure à 25 µm, et donc inférieure à la profondeur moyenne d'un bain de fusion. Donc, la très grande majorité des grains est située au sein des bains de fusion, ce qui montre une absence de croissance par épitaxie pour ceux-ci.

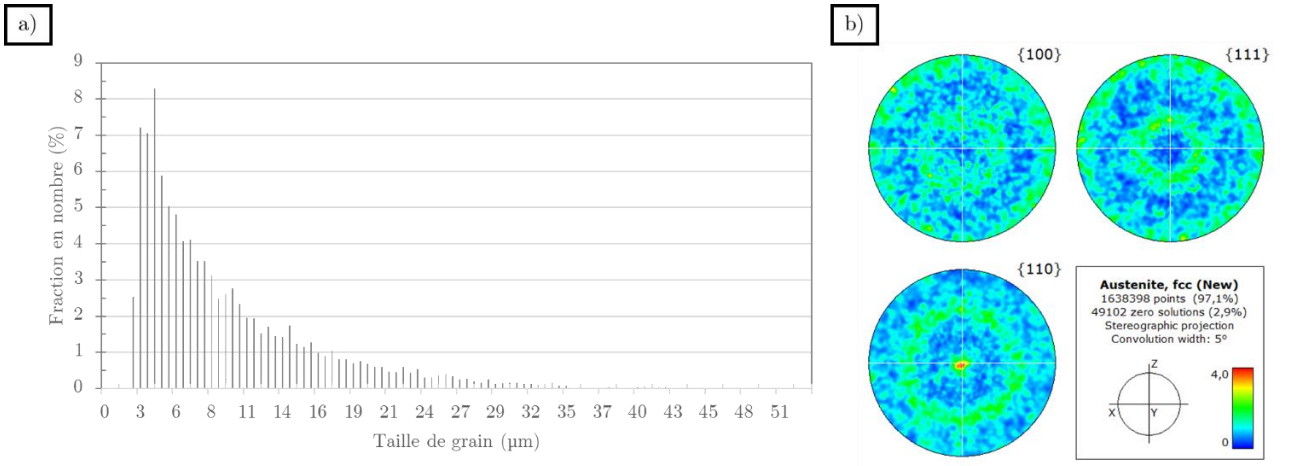


Figure 3.8 - **a)** Distribution en pondération en nombre de la taille de grain d'un acier Praxair consolidé sur la SLM 280_{HL} – **SP**.
b) Figures de pôles de l'échantillon **SP**.

La morphologie de ces grains est moins colonnaire avec un rapport d'aspect moyen s'élevant à 0,43 ± 0,01. L'angle Θ de valeur 63,5 ± 0,1° montre également ce caractère moins colonnaire. Toutefois, ces caractéristiques ne permettent pas d'affirmer que ces grains sont équiaxes d'après le critère de Liu et al [202], pour qui un grain équiaxe présente un rapport d'aspect supérieur à 0,5.

Cette microstructure se démarque des microstructures « classiques » de l'acier 316L L-PBF par une texture quasi-inexistante comme le montre les figures de pôles en **Figure 3.8 b)**. Certes, il existe toujours un maximum sur la figure de pôles {110} pour la direction $\mathbf{Y}_{EBSD} = BD$, mais l'indice de texture de seulement 1,35 montre qu'elle peut être négligeable, comme l'ont estimé Dryepondt et al. [30].

3.3.2. Comparaison des caractéristiques la microstructure Praxair avec les résultats d'A. Chniouel – Effets des paramètres de consolidation

Bien que cette microstructure soit fine, elle diffère de celle observée par A. Chniouel [11] (cf. **1.3.2.2.6**), qui a consolidé la poudre Praxair sur la TruPrint série 1000 avec une stratégie de balayage en damier de 4 mm de côté. Le passage d'une couche à l'autre induisait alors une rotation d'angle 90°. Il a observé des grains équiaxes ayant un rapport d'aspect de 0,77 ± 0,05 et une taille moyenne de l'ordre de 20 µm. Par conséquent, ils sont de même taille que les grains de la microstructure Praxair consolidée dans cette thèse. Pourtant, les grains observés ici ne sont pas équiaxes et la texture est légèrement plus élevée dans notre cas. La microstructure Praxair exposée dans ce manuscrit présente donc une anisotropie plus importante que celle exposée par A. Chniouel de par la morphologie de grains et la texture cristallographique.

Ces différences microstructurales peuvent être expliquées essentiellement par les changements de paramètres effectués lors du changement de machine de consolidation.

3.3.3. Comparaison entre les microstructures SLM et Praxair – Influence de la poudre

Comme les paramètres de consolidation sont restés identiques entre les consolidations des poudres SLM et Praxair sur la SLM 280$_{HL}$, les différences microstructurales observées ne sont dues qu'à la poudre utilisée pour cette consolidation.

La microstructure SLM, qui représente ici le cas « classique » d'une microstructure d'acier 316L L-PBF, présente de longs grains colonnaires dans le sens d'élaboration ainsi qu'une importante texture de fibre ⟨110⟩ selon *BD*. La microstructure Praxair représente ici un cas original en exhibant des grains fins, bien moins colonnaires, et une texture suffisamment faible pour être considérée comme négligeable.

Ces différences d'anisotropie peuvent alors avoir un impact sur les propriétés mécaniques des ébauches produites, notamment en fonction de la direction de sollicitation. Le **Tableau 3.5** résume les différences microstructurales entre les aciers SLM et Praxair consolidés dans cette thèse.

	Morphologie de grain			Texture	
Acier	**Taille moyenne (µm)**	**Rapport d'aspect**	**Angle Θ (°)**	**Type**	**Indice**
Acier SLM	86,2 ± 2,5	0,34 ± 0,01	72,0 ± 0,6	Fibre ⟨110⟩	5,09
Acier Praxair	20,3 ± 0,1	0,43 ± 0,01	63,5 ± 0,1	Fibre ⟨110⟩	1,35

Taille moyenne de grain en pondération surfacique. Rapport d'aspect = l/L.

Tableau 3.5 - Résumé des différences entre les microstructures Praxair et SLM consolidées sur la SLM280^{HL}.

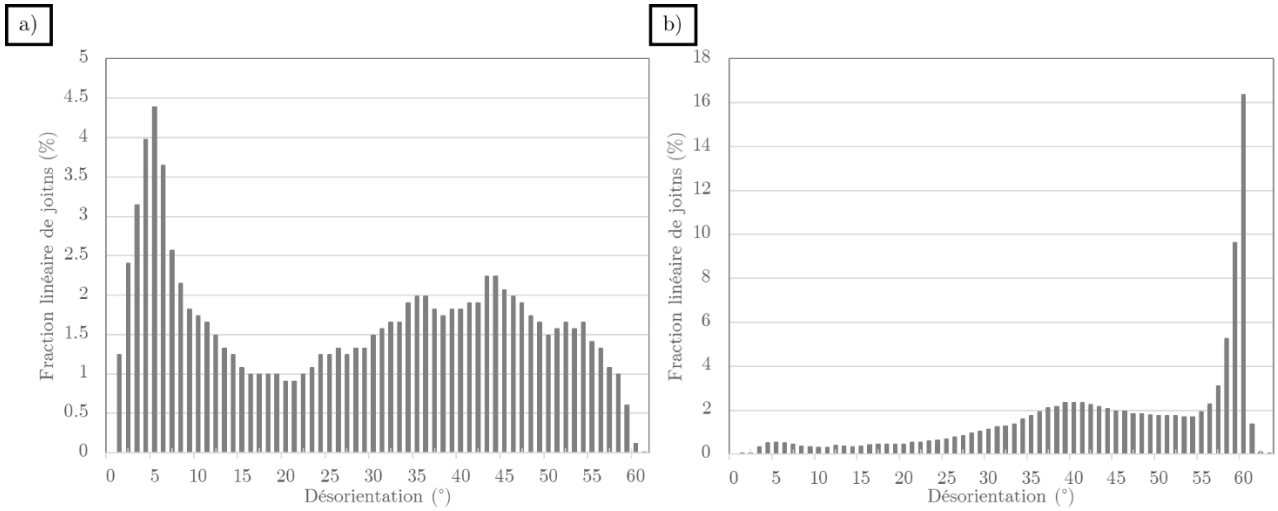


Figure 3.9 - **a)** Fraction linéaire de joints de grains en fonction de la désorientation dans l'acier SLM – **SS**. **b)** Fraction linéaire de joints de grains en fonction de la désorientation dans l'acier Praxair – **SP**.

Une autre singularité de la microstructure Praxair est sa distribution de joints de grains comme mentionné en **Figure 3.9 b)**. Elle présente une faible fraction de sous-joints de désorientation comprise entre 2 et 15° (LAGB). Elle contient une part significative de HAGB, et en particulier des joints de type Σ3 selon la classification CSL (désorientation de 60°). Ces joints, qui peuvent s'apparenter à des joints de macle incohérents, représentent près de 33% des joints observés. Cette surreprésentation des

joints Σ3 parmi les joints de grains est une spécificité importante qui a été rapporté uniquement par Laleh et al. [153]. Elle induit alors la prise en compte des joints de désorientation 60° ± 2° dans la détermination des tailles de grains des aciers Praxair présentés dans ce manuscrit. L'acier SLM quant à lui présente une part assez importante de LAGB qui représente 34% en fraction linéaire, contre 5% pour l'acier Praxair.

Ces différences entre distributions de joints de grains et de sous-joints peuvent induire des propriétés différentes dans la mobilité des joints en vue d'un traitement thermique ou des propriétés intéressantes en corrosion comme l'ont montré Laleh et al. [203]. Ces dernières ont pu être remarquées lors du polissage et de l'attaque des échantillons à l'acide oxalique. En effet, l'acier Praxair semble plus réactif que l'acier SLM car les durées de polissage et d'attaque pour un état final équivalent varient du simple au double entre les deux aciers.

Les deux microstructures présentent une sous-structure cellulaire de solidification (cf. **Figure 3.10**) similaire avec une taille de cellules avoisinant 200 nm.

Les deux aciers présentent également une population de précipités de taille nanométrique qui peuvent être des particules de silicates de manganèse comme cela a été mentionné dans la littérature [148, 186].

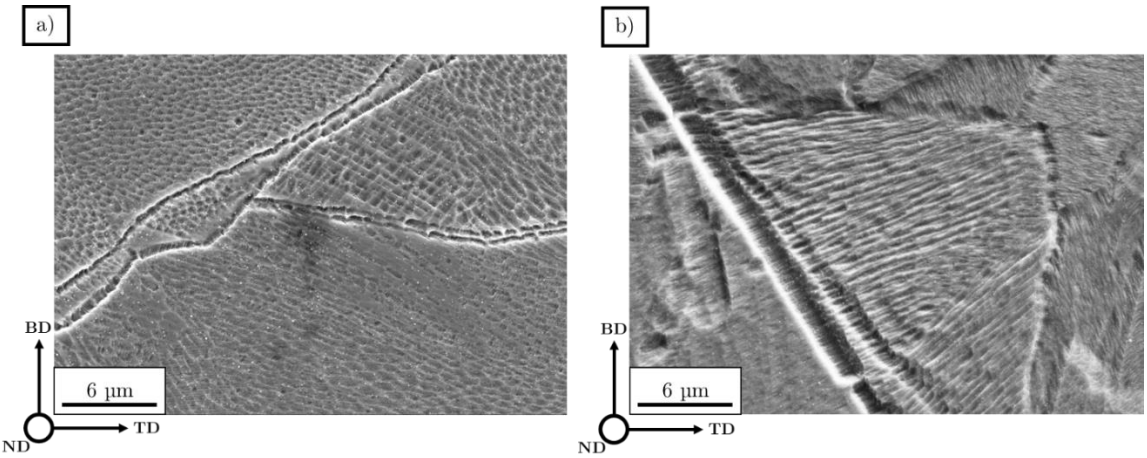


Figure 3.10 - **a)** Micrographie MEB-SE de la microstructure d'un acier SLM consolidé sur la SLM280^{HL} – **SS**.
b) Micrographie MEB-SE de la microstructure d'un acier Praxair consolidé sur la SLM280^{HL} – **SP**.

3.4. Propriétés mécaniques des ébauches brutes de fabrication

3.4.1. Directions analysées

Les directions analysées sont les directions de prélèvement des éprouvettes de traction et d'analyse RFDA rappelées en **2.3.4.2**.

La dénomination des axes mentionnés en **Figure 3.11**, à savoir *RD*, *ND* et *TD*, sera reprise pour l'étude des ébauches laminées dans le chapitre **4** : ces axes représentent respectivement la direction de laminage, l'axe de compression entre les rouleaux et la direction transverse. Les plans de prélèvement complets sont présentés en **Annexe 6.2**.

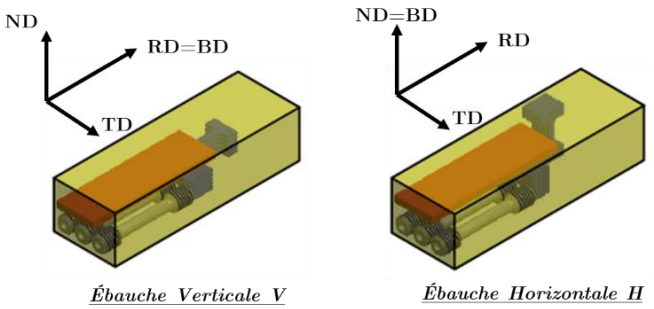


Figure 3.11 - Plans de prélèvement des éprouvettes dans les ébauches verticales et horizontales.

Les éprouvettes cylindriques de type ***C*** sont prélevées dans la longueur des barreaux *RD*. Ainsi celles prélevées dans les ébauches verticales permettent d'avoir une direction de traction selon *BD* et sont dénommées dans ce manuscrit $\underline{\parallel BD}$ (avec *RD=BD*) ; celles prélevées dans les ébauches horizontales permettent d'avoir une direction de traction orthogonale à *BD* et sont notées $\underline{\perp BD}$ (avec $RD \perp BD$). Ces directions de prélèvement sont identiques pour les plaques, en orange sur le schéma, qui permettent la mesure du module de Young par acoustique.

Les éprouvettes plates ***P*** sont prélevées dans 2 directions, qui sont les deux directions utilisées pour présenter les résultats :

- $\underline{\perp BD}$: selon *TD* pour deux types d'éprouvettes prélevées dans les ébauches verticales et horizontales.
- $\underline{\parallel BD}$: selon $RD = BD$ dans les ébauches verticales et $ND = BD$ dans les ébauches horizontales.

Concernant l'étude des ébauches brutes de fabrication, l'intérêt principal est d'analyser l'anisotropie mécanique des aciers consolidés.

3.4.2. Macro-dureté, modules de Young et coefficients de Poisson

La macro-dureté HV_{10} a été mesurée sur les ébauches brutes de fabrication dans le plan **BD**x**TD** des observations microstructurales.

Les valeurs de micro-dureté des aciers SLM et Praxair sont respectivement de 228 ± 2 HV_{10} et de 204 ± 2 HV_{10}. Ces valeurs se situent au-dessus de la macro-dureté observée usuellement pour la nuance 316L conventionnelle après recristallisation et hypertrempe, qui est de l'ordre de 180 HV_{10} [173]. L'acier SLM est alors légèrement plus dur que l'acier Praxair, alors que la loi de Hall-Petch indique qu'une microstructure plus fine serait plus résistante. Cette déviation par rapport à la loi de Hall-Petch a déjà été observé par A. Chniouel [5]. Dès lors, la contribution de la structure granulaire serait de second ordre dans l'évolution de la dureté des aciers mentionnés ici. Plusieurs autres contributions peuvent alors être mentionnés pour expliquer cette observation :

- La présence de certains éléments durcissants qui seraient alors en quantités plus importantes dans l'acier SLM. L'azote est notamment connu pour son rôle fortement durcissant dans les aciers [205].

- Les contraintes résiduelles issues de la consolidation par le procédé L-PBF. Les difficultés de production de grandes ébauches pour l'acier SLM mentionnés en **2.1.4** soulignent une plus grande densité de contraintes résiduelles dans l'acier SLM.
- Une densité de dislocations plus importante.

Le module de Young a été déterminé par mesure acoustique :

- $E_{SLM(RD=BD)} = 198 \pm 10$ GPa
- $E_{SLM(RD\perp BD)} = 182 \pm 2$ GPa
- $E_{Prax(RD=BD)} = 199 \pm 8$ GPa
- $E_{Prax(RD\perp BD)} = 189 \pm 2$ GPa

Le module de Young est relativement similaire entre les deux aciers aux alentours de 190 GPa en moyenne. En prenant compte des intervalles d'incertitude, les modules de Young de l'acier Praxair sont équivalents pour les deux directions $\parallel BD$ et $\perp BD$. L'acier SLM montre quant à lui une certaine anisotropie dans les valeurs de module de Young, même en considérant les marges d'erreur.

Les mesures du coefficient de Poisson révèlent des différences plus marquées :

- $\nu_{SLM(RD=BD)} = 0{,}141 \pm 0{,}008$
- $\nu_{SLM(RD\perp BD)} = 0{,}236 \pm 0{,}003$
- $\nu_{Prax(RD=BD)} = 0{,}284 \pm 0{,}013$
- $\nu_{Prax(RD\perp BD)} = 0{,}292 \pm 0{,}013$

Les valeurs du coefficient de Poisson sont plus élevées pour l'acier Praxair que pour l'acier SLM, mais restent plus faibles que les valeurs usuelles pour les aciers, entre 0,27 et 0,30. Par contre, la différence la plus notable est entre les deux directions d'analyse de l'acier SLM. En effet, le coefficient de Poisson selon *BD* est deux fois plus faible que celui dans la direction orthogonale, ce qui signifie que la largeur de l'ébauche sera moins réduite lorsque la sollicitation en traction sera effectuée selon *BD*.

La très faible valeur de ce coefficient de Poisson est très surprenante car aucune mesure par RFDA et aucune mesure sur l'acier 316L renseignée dans la littérature scientifique ne mentionne une valeur aussi faible. Une explication serait la morphologie anisotrope des grains de cet acier qui sont colonnaires et allongés selon *BD*. Un effet potentiel de la texture cristallographique principale n'est pas à exclure car la mesure par RFDA y est sensible également. Dans tous les cas, ces valeurs soulignent l'anisotropie des propriétés mécaniques de l'acier SLM.

3.4.3. Essais de traction uni-axiale

3.4.3.1. Éprouvettes cylindriques

12 essais au total, 3 par configuration, ont été effectuées sur les éprouvettes cylindriques dans les conditions mentionnées au chapitre **2**, qui sont identiques à celles utilisées par A. Chniouel [11]. La **Figure 3.12** présente les courbes conventionnelles de traction pour les deux aciers. Le **Tableau 3.6** résume les principales données extraites de ces essais : la limite d'élasticité $R_{p0,2}$, la contrainte maximale R_m et l'allongement à rupture $A_{Rupture}$.

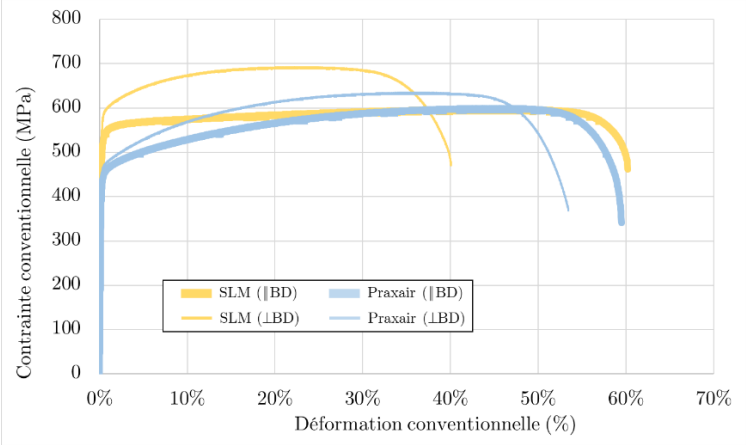


Figure 3.12 - Courbes de traction conventionnelles pour les aciers SLM et Praxair selon deux directions de sollicitation : $\parallel BD$ et $\perp BD$.

Avant toute chose, les valeurs obtenues pour les aciers SLM et Praxair correspondent globalement aux spécifications de la norme RCC-MRx ($R_{p0,2} \geq 190$ MPa ; $R_m \geq 490$ MPa ; $A_{Rupture} = 45\%$), sauf pour l'acier SLM selon la direction $\perp BD$ pour lequel $A_{Rupture}$ vaut 39% seulement.

L'anisotropie de l'acier SLM est assez marquée avec des pourcentages d'anisotropie entre les deux directions valant près de 15% pour les résistances mécaniques et plus de 40% en ce qui concerne l'allongement à rupture. L'allongement à rupture est plus faible pour la direction $\perp BD$, ce qui est cohérent vis-à-vis des données de la littérature pour ce type de microstructure colonnaire et texturée. L'anisotropie de l'acier SLM est également marquée par la présence d'un léger écrouissage pour une direction de traction $\perp BD$ alors qu'il est moins important pour la direction $\parallel BD$. Enfin, si les valeurs de résistance mécanique sont comparables à l'acier Trumpf [11], l'allongement à rupture est plus faible d'une vingtaine de pourcents pour les deux directions.

Aciers	**$R_{p0,2}$ (MPa)**		**R_m (MPa)**		**$A_{Rupture}$ (%)**	
Direction de traction	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)
Trumpf [11]	520 ± 7	588 ± 9	584 ± 3	717 ± 2	77 ± 6	55 ± 2
	13%		22%		40%	
Praxair [11]	429 ± 6	486 ± 2	620 ± 3	670 ± 1	49 ± 5	62 ± 2
	13%		8%		27%	
Praxair [30]	440	460	620	640	80	73
	4%		3%		10%	
SLM	534 ± 2	591 ± 3	598 ± 1	691 ± 2	50 ± 9	39 ± 1
	11%		16%		41%	
Praxair	446 ± 2	466 ± 1	599 ± 1	633 ± 2	60 ± 1	52 ± 2
	4%		6%		13%	

Les nombres en vert sont les pourcentages d'anisotropie. Les données d'A. Chniouel [11] et de Dryepondt et al. [30] sont donnés à titre de comparaison.

Tableau 3.6 - Valeurs de $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ d'éprouvettes ***C*** en acier SLM ou Praxair selon deux directions de sollicitation : $\parallel BD$ et $\perp BD$.

L'acier Praxair présente une anisotropie très faible avec des pourcentages d'anisotropie entre $\parallel BD$ et $\perp BD$ valant environ 5% pour les résistances mécaniques et 13% pour l'allongement à rupture. Cette relative isotropie est même plus prononcée dans l'acier Praxair consolidé pour cette étude que dans celui consolidé par A. Chniouel [11], alors même que la microstructure de cette dernière présente des grains équiaxes et une absence totale de texture. Autre point de divergence avec ces résultats, les allongements à rupture entre les deux directions sont inversés : $A_{Rupture}(\parallel BD) > A_{Rupture}(\perp BD)$. Les propriétés mécaniques de l'acier Praxair sont ici plus proches de celles montrées par Dryepondt et al. [30], si ce n'est un allongement à rupture bien plus faible. Ces similitudes sont cohérentes avec les caractéristiques microstructurales entre ces deux aciers. Enfin, l'acier Praxair consolidé pour cette étude présente un faible écrouissage dans les deux directions, toujours un peu plus important dans la direction $\parallel BD$.

Comparé aux données de Qin et al. [179] pour un acier 316L conventionnel (380 MPa ; 690 MPa et 66%), l'acier Praxair se rapproche de ces valeurs, avec un plus faible écrouissage et une limite d'élasticité plus élevée de 50 MPa. Ces différences peuvent être mises au crédit des contraintes résiduelles que développent les aciers 316L consolidés par le procédé L-PBF [67,68].

La limite d'élasticité plus élevée pour l'acier SLM que pour l'acier Praxair va de pair avec les observations précédentes (cf. **3.4.2**) montrant que l'acier SLM présente plus de contraintes résiduelles et une micro-dureté accrue.

Toutefois, les valeurs de pourcentage d'anisotropie sont probablement amplifiées de 1 ou 2% par le fait que les éprouvettes sont extraites d'ébauches construites selon deux orientations par rapport au plateau de construction. Cet aspect sera discuté à la suite des essais sur les éprouvettes plates.

3.4.3.2. Éprouvettes plates

Comme mentionné en **3.4.1**, deux directions sont mentionnées ici : $\parallel BD$ et $\perp BD$. En effet, les différences entre respectivement les directions $RD = BD$ et $ND = BD$ et les deux directions selon TD définies en **Figure 3.11** sont négligeables par rapport à la différence induite par l'orientation de la direction de traction par rapport à BD.

De manière générale, les résistances mécaniques des éprouvettes extraites à partir des ébauches horizontales sont systématiquement plus élevées de 10 MPa en moyenne par rapport à celles extraites à partir des ébauches verticales, et ce pour les deux aciers. Ce léger écart peut venir du refroidissement plus rapide de l'ébauche horizontale, du fait de la surface de contact plus élevée avec le plateau de construction. Cet effet peut légèrement amplifier d'un ou deux pourcents les valeurs de pourcentage d'anisotropie exposées au **Tableau 3.6**, mais ne remet pas en cause les conclusions sur l'anisotropie des deux aciers.

Aciers	**$R_{p0,2}$ (MPa)**		**R_m (MPa)**		**$A_{Rupture}$ (%)**	
Direction de traction	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)
SLM	522 ± 4	573 ± 9	589 ± 4	672 ± 7	68 ± 4	41 ± 2
	10%		14%		66%	
Praxair	437 ± 8	446 ± 8	599 ± 8	612 ± 9	71 ± 3	68 ± 1
	2%		2%		3%	

Tableau 3.7 - Valeurs de $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ d'éprouvettes ***P*** en acier SLM ou Praxair selon deux directions de sollicitation : $\parallel BD$ et $\perp BD$.

Au total, 6 essais de traction ont été effectués pour chaque configuration, soit 24 essais au total. Les résultats sont consignés dans le **Tableau 3.7**.

Comparées aux résultats sur les éprouvettes cylindriques pour un axe de traction selon *RD*, les résistances mécaniques sont légèrement plus faibles alors que l'allongement à rupture est significativement plus élevé en moyenne. L'anisotropie observée précédemment se retrouve à l'issue de ces essais.

D'après les résultats de Lavery et al. [111], les éprouvettes cylindriques présentent des résistances mécaniques et des allongements à rupture plus élevés que les éprouvettes plates. Les résultats présentés dans ce manuscrit confirment cette tendance en ce qui concerne les résistances mécaniques. La différence de variation dans les valeurs d'allongement à rupture présentées dans cet article peut être expliquée par le fait que les auteurs ont utilisé des éprouvettes plates directement construites par fabrication additive, ayant donc un état de surface moins bon que leurs éprouvettes cylindriques.

3.4.3.3. Écrouissage et contrainte critique de maclage

Les courbes d'écrouissage ont été calculées pour les essais de traction sur les éprouvettes plates en calculant la contrainte vraie σ_v et la déformation vraie ε_v.

$$\varepsilon_v = ln(1+\varepsilon) \qquad \textbf{(11)}$$

$$\sigma_v = \sigma(1+\varepsilon) \qquad \textbf{(12)}$$

$$\left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right)_n = \frac{\sigma_{v(n+1)}-\sigma_{v(n)}}{\varepsilon_{v(n+1)}-\varepsilon_{v(n)}} \qquad \textbf{(13)}$$

Le taux d'écrouissage $\left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right)_n$ à la valeur n est calculé par le taux de variation local de la courbe $\sigma_v = f(\varepsilon_v)$. Ce taux est néanmoins extrêmement variable entre deux points consécutifs. De fait, les courbes d'écrouissage présentées dans ce manuscrit sont les courbes de tendance du taux d'écrouissage avec une moyenne mobile de chaque point sur une période de 250 points de mesure.

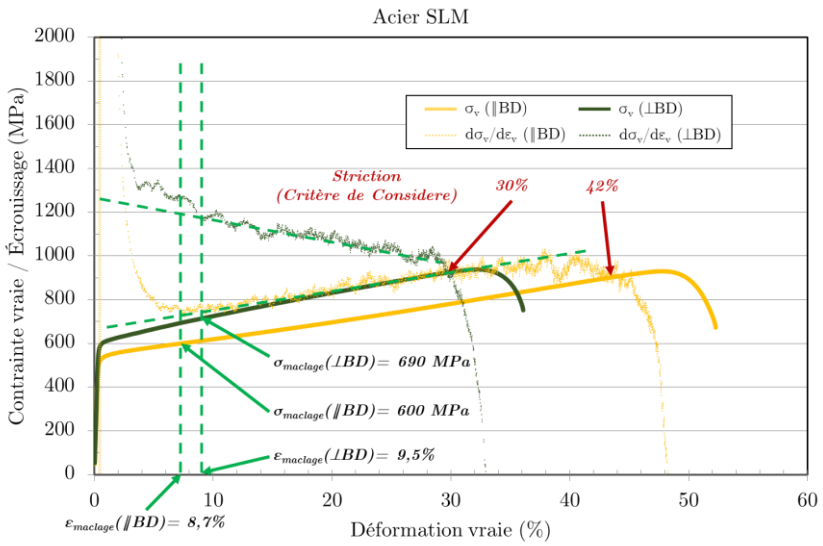


Figure 3.13 - Courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage pour l'acier SLM selon *∥BD* et *⊥BD*. Constructions géométriques pour déterminer les contraintes critiques de maclage et le point de striction.

Les courbes contrainte/déformation vraies couplées aux courbes d'écrouissage permettent de dégager deux paramètres importants :

- La contrainte critique de maclage $\sigma_{maclage}$ et la déformation critique $\varepsilon_{maclage}$: l'activation du maclage est visible sur la courbe d'écrouissage par la première rupture de pente. En effet, le maclage, qui apparaît après le stade de glissement, est visible par une rupture de pente brutale sur les courbes d'écrouissage [170,204]. Le maclage mécanique des aciers SLM et Praxair est par ailleurs confirmé par l'analyse métallographique des coupes longitudinales des éprouvettes ***P*** présentée en **3.4.4.1**. Ainsi, la construction géométrique en vert sur la **Figure 3.13** permet de déterminer la position de ce point d'inflexion ainsi que ses coordonnées ($\sigma_{maclage}$; $\varepsilon_{maclage}$). La contrainte critique de maclage est la contrainte minimale au-delà de laquelle le matériau commence à macler. L'écrouissage avant ce point est alors essentiellement dû au glissement, activé lors de la déformation. Cette contrainte critique de maclage sera définie plus précisément et de manière plus théorique en **3.5.1.4**. Cette méthode est toutefois sujette à une incertitude dans la détermination de ce point d'inflexion qui peut s'élever à ±20MPa en moyenne. Cette incertitude est réduite par la mesure de $\sigma_{maclage}$ et de $\varepsilon_{maclage}$ sur plusieurs essais pour la même configuration. Une incertitude supplémentaire réside dans l'activation du glissement qui peut accompagner l'activation du maclage au cours de l'essai de traction. Le glissement de dislocations entraîne une modification de l'allure de de la courbe d'écrouissage comme le montre l'étude de Wang et al. [162].

- Le point de striction : le critère de Considere indique que la striction d'un matériau apparaît lorsque $\left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right)_n = \sigma_v$. Ici, ce point est atteint lorsque les courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage se croisent. Il permet de déterminer la déformation au moment de la striction du matériau.

En appliquant les définitions exposées précédemment, la **Figure 3.13** présente les courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage pour l'acier SLM pour les deux directions étudiées : $\parallel BD$ et $\perp BD$. Tout d'abord, elles confirment les observations faites sur les courbes de traction conventionnelles, à savoir la différence d'écrouissage entre les deux directions. En effet, une direction de traction selon BD induit un écrouissage plus faible que pour un essai de traction dans une direction orthogonale à BD. Ces observations sont en accord avec Güden et al. [156] qui soulignent l'importance de l'angle de construction sur la capacité d'écrouissage du 316L consolidé par L-PBF.

La pente croissante de la courbe d'écrouissage pour une direction de traction $\parallel BD$ peut être expliquée par une intense activité en maclage, couplée avec une activité importante en glissement [162].

Si l'écrouissage plus élevé de l'acier Praxair selon $\parallel BD$ par rapport à l'acier SLM ne fait que peu de doute d'après les courbes de traction conventionnelles, les courbes présentées en **Figure 3.14 a)** montrent qu'il en est de même dans la direction $\perp BD$. Donc d'une manière globale, l'acier Praxair est plus sujet à l'écrouissage que l'acier SLM. Par ailleurs, l'isotropie en traction de l'acier Praxair est de nouveau illustrée par les courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage en **Figure 3.14 b)**.

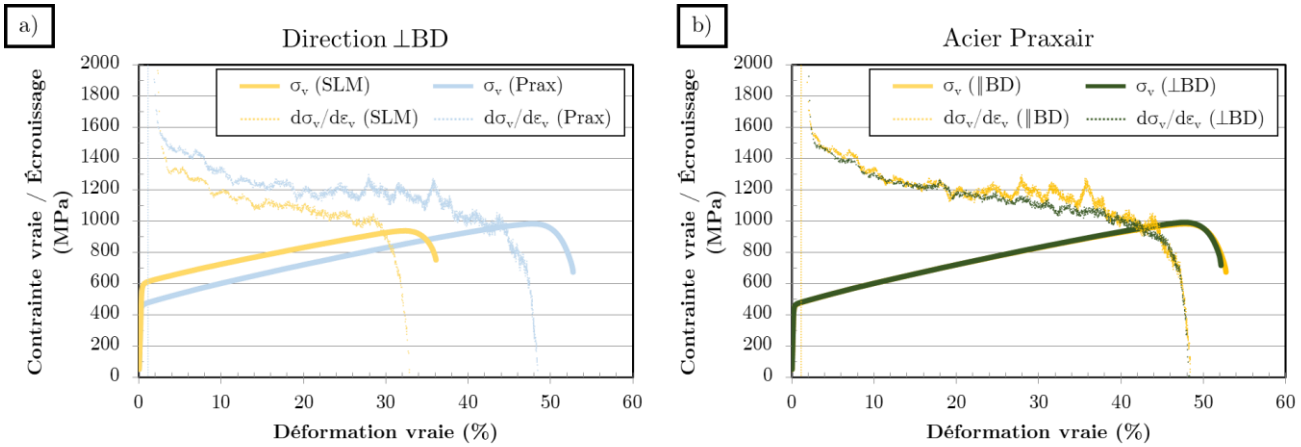


Figure 3.14 - **a)** Courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage pour les aciers SLM et Praxair selon $\perp BD$.
b) Courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage pour l'acier Praxair selon $\parallel BD$ et $\perp BD$.

Les autres données extraites de l'étude de ces courbes d'écrouissage sont données dans le **Tableau 3.8**.

Le comportement anisotrope de l'acier SLM est de nouveau mis en avant par les valeurs présentées ici. En effet, la contrainte critique de maclage lorsque la direction de traction est selon *BD* s'élève à 604 ± 10 MPa, alors qu'elle vaut 681 ± 10 MPa selon une direction orthogonale à *BD*. L'acier Praxair ne montre en revanche aucune anisotropie concernant la contrainte critique de maclage. Seule la déformation à la striction est légèrement anisotrope, mais cette anisotropie reste extrêmement faible comparée à l'acier SLM.

Aciers	$\sigma_{maclage}$ **(MPa)**		$\varepsilon_{maclage}$ **(%)**		$\varepsilon_{striction}$ **(%)**	
Direction de traction	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)
SLM	604 ± 10	681 ± 10	9,2 ± 0,6	8,1 ± 0,8	44 ± 2	26 ± 2
	13%		13%		66%	
Praxair	580 ± 15	594 ± 10	11,2 ± 0,6	10,9 ± 0,8	46 ± 2	42 ± 1
	2%		3%		10%	

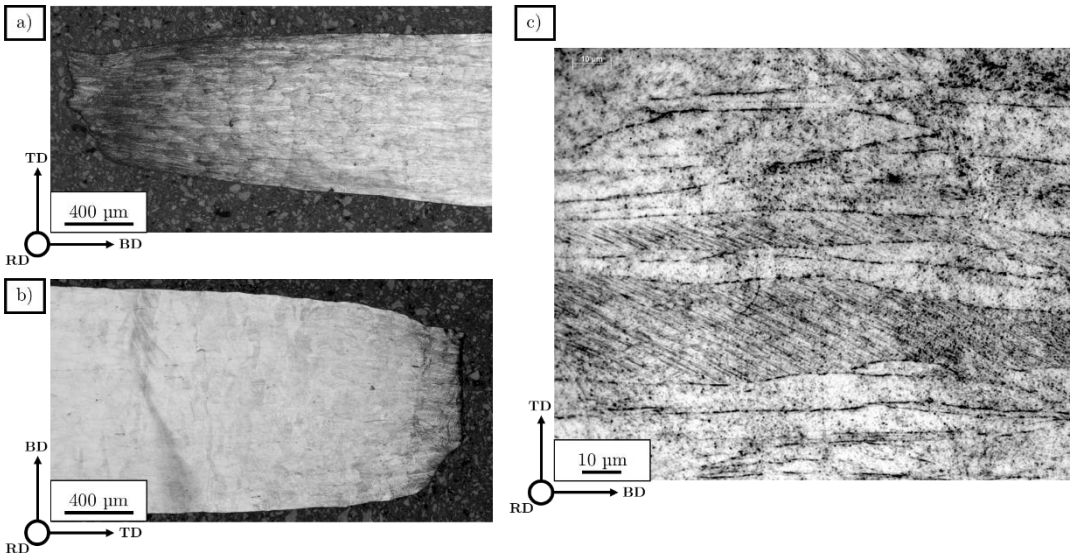
Tableau 3.8 - Valeurs de $\sigma_{maclage}$, $\varepsilon_{maclage}$ et $\varepsilon_{striction}$ d'éprouvettes ***P*** en acier SLM ou Praxair selon deux directions de sollicitation : $\parallel BD$ et $\perp BD$.

3.4.4. Faciès de rupture des éprouvettes rompues

Une analyse des faciès de rupture permet de déterminer le mode de rupture des éprouvettes et les éventuels défauts des microstructures étudiées. Deux types d'analyses ont été menés : une dans le plan comprenant la direction de traction, l'autre sur le faciès de rupture dans le plan transverse à la traction.

3.4.4.1. Degré d'anisotropie de comportement mécanique

Tout d'abord, l'étude dans le plan comprenant la direction de traction montre que la rupture des éprouvettes en 316L L-PBF ne met aucunement en jeu les joints de bain de fusion contrairement à ce que Shifeng et al. [139] ou Ronneberg et al. [57] ont observé. Contrairement à ce que ces auteurs ont observé dans leurs études, les éprouvettes ne présentent ici pratiquement aucune porosité ni de décohésion inter-couche. La corrélation de ces observations apporte un élément de réponse quant à la cause de la rupture en dehors des joints de bains.



Observations au microscope optique – Attaque à l'eau régale.

Figure 3.15 - **a)** Coupe longitudinale d'une éprouvette ***P*** – Acier SLM – Axe de traction $\parallel BD$.
b) Coupe longitudinale d'une éprouvette ***P*** – Acier SLM – Axe de traction $\perp BD$.
c) Maclage observé sur une coupe longitudinale d'une éprouvette ***P*** – Acier SLM – Axe de traction $\parallel BD$.

Une différence a été observée entre les deux directions de traction pour l'acier SLM comme exposé en **Figure 3.15 a)** et **b)**. En effet, l'éprouvette est plus allongée, avec une réduction de largeur importante lorsque l'axe de traction est parallèle à *BD*. En revanche, la rupture est plus nette et la réduction de largeur bien moins marquée pour les éprouvettes dont la direction de traction est orthogonale à *BD*.

Ces observations sont cohérentes avec le fait que l'allongement à rupture de l'acier SLM testé selon *BD* est plus élevé que lorsqu'il est testé dans l'autre direction. De plus, une intense activité de maclage a été observée sur les éprouvettes $\parallel BD$ (cf. **Figure 3.15 c)**), qui n'a pas été observé dans les mêmes proportions dans les éprouvettes $\perp BD$. Ces observations soulignent l'anisotropie des propriétés en traction de l'acier SLM et également l'importance du maclage lorsque la direction de traction est selon *BD*, importance qui explique l'allongement à rupture plus élevé pour cette direction.

Ces différences entre les directions de traction $\parallel BD$ et $\perp BD$ n'ont pas été observées pour l'acier Praxair.

3.4.4.2. Modes de rupture de l'acier 316L L-PBF

L'analyse des faciès de rupture permet de remonter au mode de rupture des différentes éprouvettes étudiées. D'un point de vue macroscopique, les éprouvettes de traction ne présentent pas un faciès typique d'une rupture totalement ductile en « coupelle ».

Les faciès de rupture indiquent que l'ensemble des ruptures est globalement ductile vu l'importance de la déformation plastique, et indépendamment des aciers ou des directions de traction considérés. Cependant, elles montrent toutes des lèvres de cisaillement sur les bords et à cœur d'éprouvette, dans lesquelles les cupules caractéristiques de la rupture ductile intra-granulaire sont plutôt de forme ovale ou allongée. La topographie générale des faciès, comme celle présentée en **Figure 3.16**, démontre l'importance des ruptures en cisaillement.

Des zones de rupture mixte sont observées comme en **Figure 3.16 b)** avec des zones planes, comportant des lignes parallèles. Ces zones peuvent être la manifestation d'une rupture locale inter-granulaire ou inter-couche sans formation de cupule. Enfin, ces zones de rupture sont observées sur toutes les configurations mentionnées dans cette partie. Leur présence ne dépend donc ni de l'acier consolidé, ni de l'orientation de la direction de traction par rapport à *BD*.

Tous ces éléments, qui démarquent ces faciès de rupture de ceux observés pour des aciers inox conventionnels, tendent à souligner le caractère précontraint de l'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF.

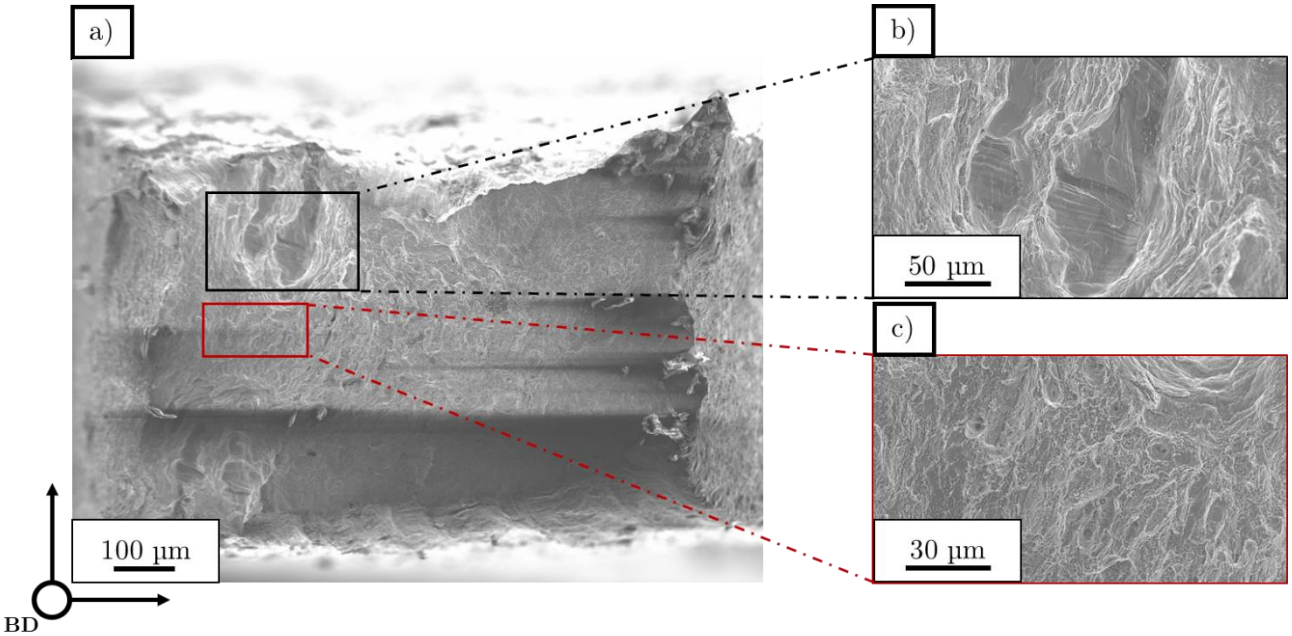


Figure 3.16 - **a)** Faciès de rupture d'une éprouvette ***P*** – Acier SLM – Axe de traction $\parallel BD$ avec des zones zoomées **b)** et **c)**.

3.4.4.3. Précipitation et porosité

L'analyse de ces faciès a également permis de montrer la présence de multiples particules de taille micrométrique dans les microstructures consolidées, comme exposé en **Figure 3.17**.

Les porosités observées (**Figure 3.17 b)**) sont dans la très grande majorité provoquées par la présence de particules de taille micrométrique. Très peu visibles sur les coupes micrographiques, leur présence en plus grand nombre sur les faciès est due en partie à la concentration de contraintes que ces particules induisent lors de l'essai de traction.

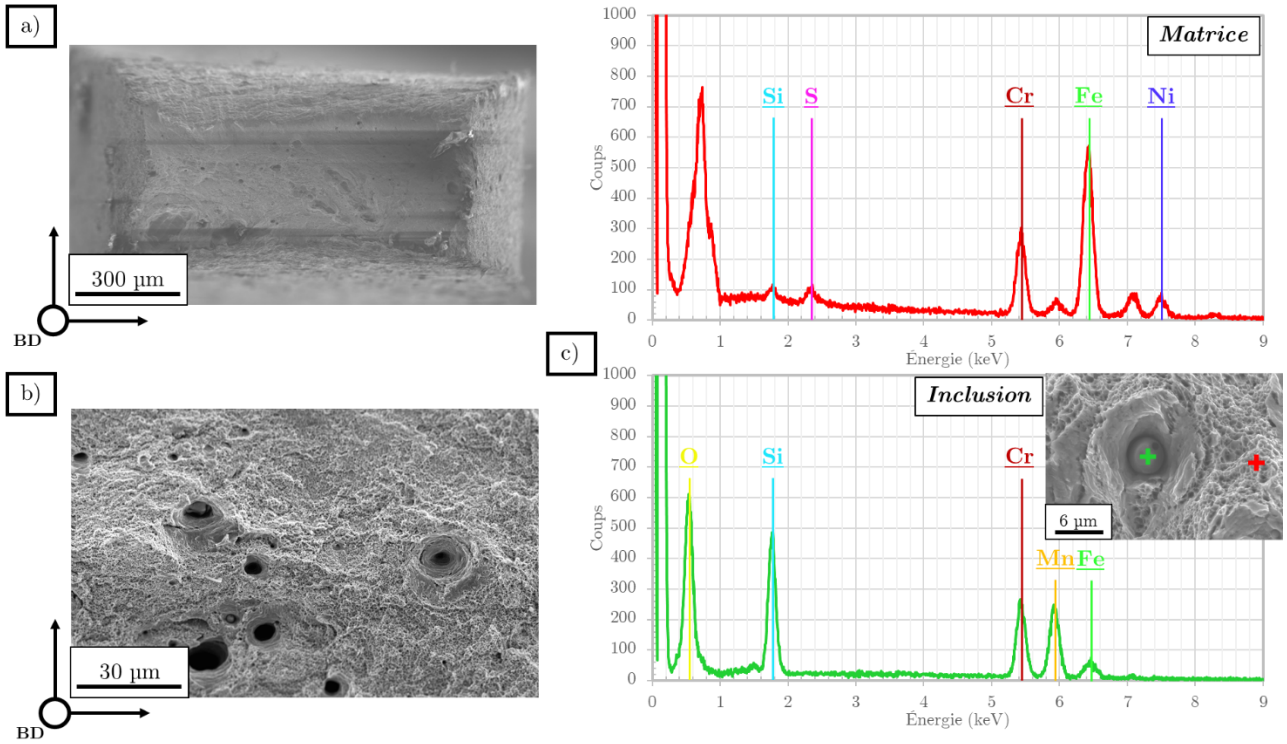


Figure 3.17 - **a)** Faciès de rupture d'une éprouvette ***P*** – Acier Praxair – Axe de traction $\parallel BD$.
b) Porosités observées sur un faciès de rupture de la même éprouvette.
c) Pointés EDX sur la matrice (rouge) et sur une particule (vert) de la même éprouvette.

L'analyse EDX de celles-ci, dont une est présentée en **Figure 3.17 c)**, montre qu'elles sont composées de manganèse, de silicium, de chrome et d'oxygène. Des traces d'aluminium ont pu être détectées. La présence du chrome dans ces particules est confirmée par le maintien de l'intensité du pic lié à la raie K_α de cet élément entre la particule et la matrice. Le fer détecté dans le spectre de la particule est causé par le diamètre du faisceau d'électrons qui sonde également la matrice dans les environs proches de la particule visée. La composition de ces particules grossières est comparable à celle des nodules de surface des projections issues du passage du laser lors de la consolidation (cf. **1.2.3.3**) [103,104]. Heiden et al. [103] mentionnent alors deux types d'oxyde possibles : SiO_2 et $MnCr_2O_4$. Ces nodules, insolubles, restent alors sous la forme de particules micrométriques dans la microstructure après solidification.

Curieusement, l'éprouvette en acier consolidé à partir de la poudre Praxair présente une densité de ce type de particules plus importante que celle en acier SLM. Une corrélation peut être faite avec

un fait observé lors de la consolidation de la poudre Praxair sur la machine SLM 280$_{HL}$. En effet, la consolidation de celle-ci provoque la formation d'une quantité d'éjectas plus importante que la consolidation de la poudre SLM. Cela se manifeste principalement par le rythme de changement des filtres qui permettent de purifier le flux d'argon en sortie de la chambre de consolidation : une semaine et demie pour la poudre Praxair contre deux à trois semaines pour la poudre SLM, et ce pour la consolidation des mêmes pièces avec la même stratégie de balayage. Les éjectas produits « in-situ » lors de la consolidation peuvent alors polluer la microstructure consolidée et contribuer à la formation des particules observées. Ces inclusions provoquent des zones de rupture secondaire observables sur les faciès, qui peuvent altérer les propriétés mécaniques si elles sont trop nombreuses. Dans le cas présent, cette altération n'a pas été observée, signe d'une certaine robustesse des matériaux consolidés ou d'une densité d'inclusions trop faible pour avoir un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

La raison pour laquelle la poudre Praxair produit plus de projections reste cependant inconnue. Il peut être envisageable qu'une modification des paramètres de consolidation puisse limiter cet effet. La présence de ces particules n'est par contre pas corrélée avec les densités relatives des ébauches qui restent similaires entre les ébauches Praxair et SLM.

Des précipités de taille sub-microniques sont également observés dans toutes les cupules des différents faciès de rupture. Si le rôle des inclusions mentionnées précédemment semble négligeable, le rôle de ces nombreux précipités dans le comportement à rupture de ces matériaux reste encore à déterminer.

3.5. Liens entre propriétés microstructurales et propriétés en traction

3.5.1. Effet de la texture cristallographique sur l'activation des modes de déformation

Comme exposé en **1.4.1.1**, deux modes de déformation principaux sont à considérer pour l'acier 316L, conventionnel ou consolidé par L-PBF : le glissement de dislocations et le maclage. Les calculs présentés ici ne concernent évidemment que des mailles de structure CFC.

3.5.1.1. Orientations préférentielles de glissement dans un monocristal

Pour les systèmes de glissement, seule la direction de sollicitation importe dans le calcul des facteurs de Schmid. En effet, il n'existe pas de « sens » pour le glissement, donc peu importe que la sollicitation soit en traction ou en compression dans les métaux de structure CFC. Ainsi la valeur du facteur de Schmid est définie par la valeur absolue du terme « $cos(\varphi)cos(\lambda)$ » défini en **1.4.1.1.3**. En pratique, les valeurs de $cos(\varphi)$ et de $cos(\lambda)$ du facteur de Schmid sont respectivement calculées par le produit scalaire entre les vecteurs unitaires des directions de glissement et normale au plan de glissement, et le vecteur unitaire de la sollicitation.

La cartographie présentée en **Figure 3.18** présente alors les différentes valeurs de facteur de Schmid en fonction de l'orientation de la direction de sollicitation.

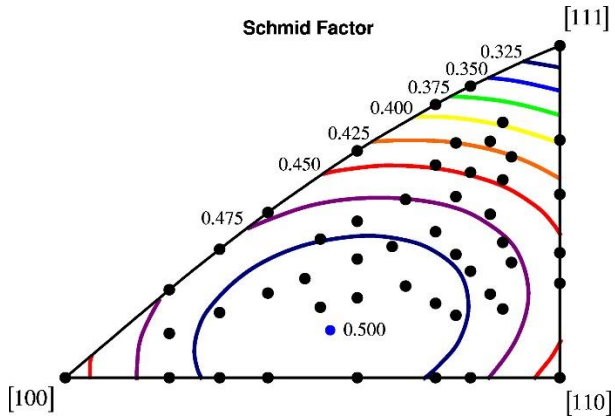


Figure 3.18 - Valeurs maximales des facteurs de Schmid en fonction de l'orientation de la direction de sollicitation pour les 12 systèmes de glissement [205].

Les directions ⟨110⟩ et ⟨100⟩ sont relativement favorables au glissement $m_{G\langle 110\rangle}=m_{G\langle 100\rangle}=0{,}41$. La direction ⟨111⟩ est plus défavorable avec $m_{G\langle 111\rangle}=0{,}27$. Le maximum de valeur de facteur de Schmid en glissement est situé autour de la direction ⟨214⟩.

3.5.1.2. Orientations préférentielles de maclage dans un monocristal

Pour le maclage, le sens de la sollicitation est important entre la traction et la compression. En effet, pour un variant donné, une valeur du facteur de Schmid positive indique une macle de traction alors qu'une valeur négative indique une macle de compression. Un variant présentant un facteur de Schmid négatif ne pourra donc pas être activé lors d'un essai de traction car il entraînerait une contraction du cristal selon la direction de sollicitation.

En utilisant le logiciel CaRIne, qui permet notamment de construire des projections stéréographiques, une cartographie des valeurs maximales de facteur de Schmid peut être effectuée en calculant ces valeurs pour un grand nombre de pôles représentatifs. En appliquant ce protocole et en tenant compte du signe du facteur de Schmid, les deux cartographies présentées en **Figure 3.19** sont construites, en se restreignant au triangle fondamental. Les notations *RD* et *ND* représentent respectivement la traction et la compression. Cette dénomination a été choisie par rapport au laminage qui introduit ces deux directions distinctes (cf. Chapitre **4**) : la direction de laminage (*Rolling Direction – RD*) en traction et l'axe des rouleaux (*Normal Direction – ND*) en compression.

Dès lors :

- <u>En traction (**Figure 3.19 a)**) :</u> une sollicitation en traction selon une direction autour de l'axe ⟨110⟩ du cristal est favorable au maclage. En revanche, une direction de traction colinéaire à la direction ⟨100⟩ du cristal est très défavorable au maclage alors que la direction ⟨111⟩ est intermédiaire.
- <u>En compression (**Figure 3.19 b)**) :</u> une sollicitation en compression selon une direction autour de l'axe ⟨100⟩ du cristal est favorable au maclage. Par contre, un axe de compression selon les directions ⟨110⟩ ou ⟨111⟩ du cristal est très défavorables au maclage.

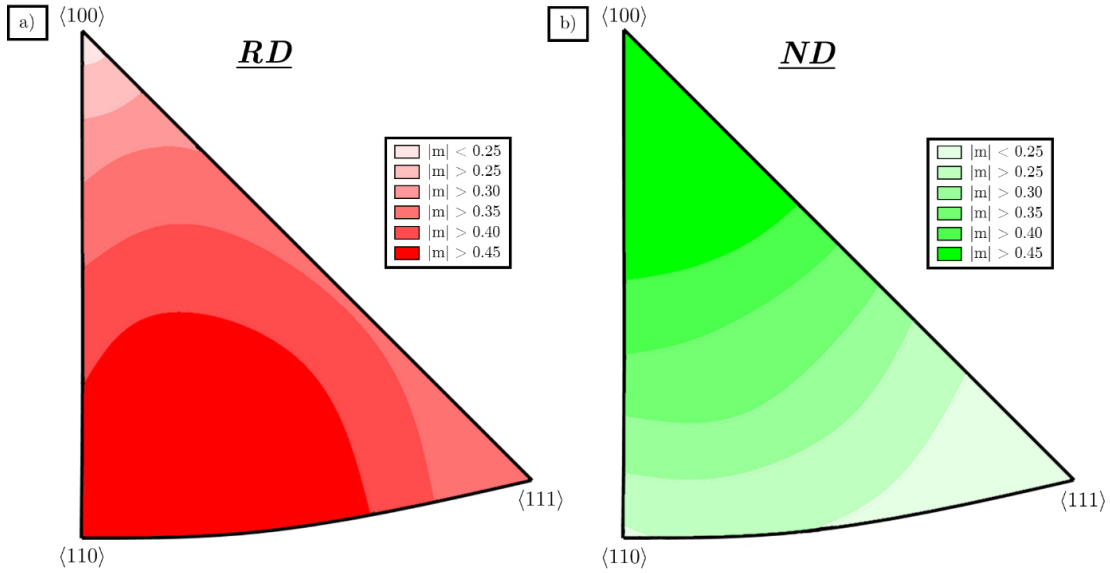


Figure 3.19 - Valeurs maximales des facteurs de Schmid du maclage en fonction de l'orientation de la direction de traction **a)** et de compression **b)** pour les 12 variants de maclage.

3.5.1.3. Compétition entre glissement de dislocations et maclage

À partir des calculs précédents il est possible de déterminer, en calculant le rapport $m_{maclage}/m_{glissement}$, les domaines d'orientation de sollicitation dans lesquels le maclage ou le glissement sont favorisés :

- Une sollicitation autour de la direction ⟨214⟩ entraîne une activation du glissement avant le maclage, que ce soit en traction qu'en compression. Le glissement est également favorisé pour une sollicitation en traction selon la direction ⟨100⟩.
- En traction, le maclage est favorisé pour une direction de traction selon les axes ⟨110⟩, mais le glissement est également facile pour cette orientation. Même si le facteur de Schmid du maclage en traction est supérieur à celui en glissement pour la direction ⟨111⟩, cet écart reste faible.
- En compression, le maclage est favorisé pour une direction de sollicitation selon l'axe ⟨100⟩ du cristal et le glissement est également favorable pour cette orientation. La direction ⟨111⟩ est la plus défavorable à la fois pour le maclage et pour le glissement en compression.

Ces critères relativement simples sont confirmés expérimentalement pour une sollicitation en traction sur des éprouvettes de traction en 316L L-PBF quasi-monocristallines [159] : la déformation en traction pour la direction ⟨100⟩ est accommodée par le glissement de dislocations ou pour la direction ⟨110⟩ par un fort maclage. Une déformation en traction selon l'axe ⟨111⟩ est prédominée par le maclage, même si du glissement de dislocations a été observé.

3.5.1.4. Passage au polycristal et à l'échelle macroscopique

Le facteur de Schmid ne concerne qu'un monocristal. Dans le cas d'un matériau non texturé, la distribution des orientations cristallines au sein de la microstructure reste homogène. Par voie de conséquence, si le matériau est sollicité en traction selon une direction spécifique, seuls les grains pour lesquels leur direction ⟨110⟩ est colinéaire à la direction de traction pourront macler, dans le cas

extrême, représenté par le modèle de Sachs, d'égalité entre le tenseur de contrainte local au niveau du grain et celui macroscopique au niveau de l'éprouvette. Mais une différence entre les tenseurs de contraintes et de déformations locaux et macroscopiques peut exister, notamment à fortes déformations. Dans ce cas, les systèmes de déformation activés correspondent aux tenseurs locaux et la direction locale de contrainte peut différer de la direction macroscopique de sollicitation.

À l'échelle macroscopique, il est possible de calculer, à partir du calcul des facteurs de Schmid du maclage, la contrainte critique de maclage σ_{Crit}, au-delà de laquelle le matériau commence à macler. Ce calcul théorique est effectué sur un matériau « idéal » sans contraintes résiduelles ou internes. Elle est exprimée selon cette relation [206] :

$$\sigma_{Crit} = \frac{2\gamma_{eff}}{m_{Tot} b_1} \qquad \textbf{(14)}$$

Où :
- γ_{eff} est l'énergie de défaut d'empilement effective ;
- m_{Tot} le facteur de Schmid pour la déformation par maclage ;
- b_1 la norme du vecteur de Burgers, qui vaut $\frac{a}{\sqrt{6}} = 0{,}145\ nm$ pour l'acier 316L.

Dans le cas général, l'acier 316L consolidé par L-PBF présente une forte texture de fibre $\langle 110 \rangle$ dans la direction de construction ; autrement dit, une grande majorité des grains a sa direction cristallographique $\langle 110 \rangle$ alignée sur *BD*. Pour une direction de traction selon *BD*, le facteur de Schmid moyen de l'ensemble des grains se rapproche de celui d'un monocristal : $m_{Tot} \approx m_{RD\langle 110 \rangle} \approx 0{,}47$. Ce rapprochement à un monocristal dépend de l'intensité de la texture de fibre. En utilisant l'équation **(15)**, et une valeur de γ_{eff} de 20,8 mJ.m^{-2} pour l'acier 316L L-PBF [174], une valeur minimale peut être calculée : $\boldsymbol{\sigma_{CritMin} = 610\ MPa}$.

Dans le cas d'un matériau sans texture cristallographique particulière, une valeur moyenne $m_{Tot} \approx 0{,}326$ peut être utilisée [206], ce qui donne, pour une valeur maximale : $\boldsymbol{\sigma_{CritMax} = 878\ MPa}$. L'intensité de la texture de fibre $\langle 110 \rangle$ faisant varier de manière continue la valeur de m_{Tot}, la contrainte critique de maclage théorique varie par conséquent entre ces deux valeurs extrêmales. Cette grandeur a été déterminée expérimentalement dans cette thèse en considérant le point d'inflexion de la courbe d'écrouissage du matériau (cf. **3.4.3.3**).

Pour résumer, compte tenu des effets du maclage sur les propriétés mécaniques de l'acier 316L consolidé par L-PBF (cf. **1.4.1.2.2**), une sollicitation en traction selon *BD* d'un acier 316L consolidé par L-PBF impliquerait une bonne ductilité et un faible écrouissage, ce qui a bien été observé dans la littérature [158,162]. Une sollicitation en traction selon une autre direction que *BD* impliquerait de fait une ductilité réduite et un possible écrouissage pour atteindre justement cette contrainte critique de maclage.

3.5.2. Importance de la texture sur le comportement en traction

Cette étude plus théorique sur l'impact de la texture permet également d'expliquer le comportement mécanique en traction observé dans ce chapitre.

Une direction de traction selon *BD* implique notamment une meilleure ductilité pour l'acier SLM que lorsque cette direction est orthogonale, ainsi que des limites d'élasticité et contraintes

maximales inférieures. De plus, la contrainte critique de maclage selon $\parallel BD$ est environ 100 MPa plus faible que selon $\perp BD$ (cf. **Tableau 3.8**). La forte texture $\langle 110 \rangle$ alignée sur BD de l'acier SLM est à l'origine de l'anisotropie des propriétés en traction, et surtout de l'allongement à rupture plus élevé. En effet, le maclage est favorisé lorsque la direction de traction est colinéaire à la direction $\langle 110 \rangle$ des grains. Comme la texture de l'acier SLM indique qu'une grande proportion des grains ont leur direction $\langle 110 \rangle$ selon BD, une direction de traction macroscopique selon BD implique que la direction locale de sollicitation en traction est en moyenne selon la direction favorable de maclage pour la majorité des grains. Ceci explique entre autres l'intense activité de maclage observée sur les coupes longitudinales des éprouvettes de traction selon BD pour l'acier SLM (cf. **3.4.4.1**) et une meilleure écrouissabilité.

L'absence de différence pour l'acier Praxair entre les valeurs de contrainte critique de maclage des deux directions testées montre bien le caractère assez isotrope de cette microstructure et l'absence de texture majoritaire favorable au maclage en traction. Dès lors, la texture cristallographique joue un rôle important sur la ductilité en traction, comme cela a été mentionné par Wang et al. [162] et Güden et al. [158].

Enfin, la texture peut également expliquer les différences observées entre les modules de Young pour l'acier SLM entre les directions $\parallel BD$ et $\perp BD$. En effet, la texture cristallographique influence l'anisotropie des propriétés élastiques des matériaux [207].

3.5.3. Discussion sur la correspondance entre les valeurs théoriques et expérimentales des contraintes critiques de maclage

Théoriquement, en prenant une SFE de 20,8 mJ.m^{-2} spécifique pour l'acier 316L L-PBF [174], la contrainte critique de maclage doit varier entre deux valeurs extrêmales, 610 MPa et 878 MPa, représentant respectivement le cas idéal d'une microstructure quasiment monocristalline de texture intense $\langle 110 \rangle$ selon la direction de traction, et le cas d'une microstructure sans texture particulière, toutes deux sans contraintes résiduelles. La microstructure Praxair, qui présente une texture extrêmement peu prononcée, a une contrainte critique de maclage expérimentale moyenne de 588 $\pm$ 10 MPa, valeur qui est inférieure à la valeur la plus faible issue du calcul précédant. Par contre, elle est tout-à-fait cohérente avec les valeurs extrêmales qui seraient obtenues en prenant une SFE valant 15 mJ.m^{-2}, plus classique pour la nuance 316L et déterminée par des analyses MET [171] : 440 et 634 MPa. De fait, la valeur de SFE mesurée par Woo et al. [174] ne permet pas d'avoir une correspondance entre le calcul théorique et les valeurs expérimentales pour l'acier Praxair, alors que l'acier Praxair présente des contraintes résiduelles susceptibles d'avoir fait augmenter de manière « artificielle » la contrainte critique de maclage expérimentale. En se référant à la formule théorique de la contrainte critique de maclage, une explication plausible est que la valeur de SFE proposée par Woo et al. [174] est trop élevée par rapport à la SFE de l'acier 316L Praxair consolidé par L-PBF. La valeur de SFE de l'acier Praxair serait donc ici plus proche de 15 mJ.m^{-2}.

De plus, la valeur de Woo et al. [174] a été déterminée par une méthode différente, ajustement d'un pic de DRX in-situ lors d'un essai de traction, par rapport aux méthodes classiques par MET ou par calcul ab initio. Cette méthode peut expliquer en partie les valeurs élevées de SFE mentionnées dans cet article : entre 46 et 21 mJ.m^{-2}.

La valeur de $\sigma_{maclage}$ pour l'acier SLM testé en traction selon la direction $\perp BD$, pour laquelle la microstructure brute SLM ne présente pas de texture particulière, s'élève à 681 MPa, valeur

supérieure à celle de l'acier Praxair, lui-même sans texture selon cette direction. Même la valeur de contrainte critique de maclage pour l'acier SLM testé en traction selon la direction favorable au maclage *BD* s'élève à 610 MPa, ce qui est également supérieur à celle de l'acier Praxair. Certaines causes semblent probables comme un matériau plus précontraint ou encore une SFE supérieure.

Ce premier point est tout d'abord confirmé par les valeurs plus élevées de micro-dureté présentées en **3.4.2**, les difficultés de consolidation dues à des contraintes résiduelles plus importantes (**2.1.4**), ou encore les valeurs supérieures de $R_{p0,2}$ et R_m rapportées en **3.4.3.1**.

Concernant l'hypothèse d'une SFE supérieure, plusieurs éléments chimiques peuvent influencer la valeur de la SFE d'un acier : l'azote est connu pour diminuer la SFE [208,209] tandis que le carbone contribue plutôt à l'augmenter [210,211]. Une expression empirique proposée par Meric et al. [212] relie la composition chimique d'un acier austénitique inoxydable avec la SFE de celui-ci, en prenant les taux massiques *(%wt)* des éléments mentionnés :

$$SFE\ (mJ.m^{-2}) = 2{,}2 + 1{,}9Ni - 2{,}9Si + 0{,}77Mo + 0{,}5Mn + 40C - 0{,}016Cr - 3{,}6N$$

En reprenant les compositions chimiques des aciers SLM et Praxair exposées respectivement dans les **Tableau 3.3** et **Tableau 3.4**, la SFE calculée pour les deux aciers s'élève à 26,06 mJ.m^{-2} et 25,72 mJ.m^{-2} respectivement. Si ces valeurs sont malgré tout trop élevées pour faire correspondre les contraintes critiques de maclage théoriques et expérimentales, elles démontrent par contre que les différences de composition chimiques entre les deux aciers n'auraient pas d'impact significatif sur les valeurs respectives de SFE. Par conséquent une différence de SFE ne peut expliquer les différences de contrainte critique de maclage entre les deux aciers. Les SFE des deux aciers devraient même être similaires.

En définitive, ces résultats tendent à montrer que la SFE des deux aciers SLM et Praxair est plus proche de 15 mJ.m^{-2}, valeur de SFE classique pour l'acier 316L conventionnel mesurée par analyses MET [171]. Cette conclusion est cohérente avec le fait que la SFE est essentiellement tributaire de la composition chimique et qu'elle varie peu entre les deux aciers considérés ici et la nuance conventionnelle.

La différence de contraintes critiques de maclage entre les deux aciers serait dès lors essentiellement due à leur différent niveau de contraintes résiduelles dans l'état brut de fabrication. En effet, comme mentionné précédemment, l'acier SLM contient plus de contraintes résiduelles que l'acier Praxair. La limite d'élasticité est plus élevée, et donc les mécanismes de déformation plastique, dont le maclage mécanique, sont activés à des contraintes plus élevées. La différence de contraintes résiduelles entre les deux aciers est telle que $\sigma_{maclage}$ pour l'acier Praxair est plus faible que pour l'acier SLM, alors que l'acier Praxair a une microstructure fine, défavorable au maclage par rapport à une microstructure grossière [204,213].

3.5.4. Effets éventuels de la taille et de la morphologie des grains

Outre la texture, la morphologie et la taille des grains sont également différentes entre les microstructures SLM et Praxair (cf. **3.2.2** et **3.3.1**).

La taille moyenne de grains peut effectivement influencer les propriétés en traction des matériaux, en particulier leur limite d'élasticité. En effet, la loi de Hall-Petch précise qu'une diminution de la taille des grains entraîne une augmentation de la limite d'élasticité. Dans cette étude,

cette relation n'est pas observée car l'acier Praxair présente des limites d'élasticité plus faibles que l'acier SLM, alors que la taille moyenne de grains est plus faible de 70% en pondération surfacique. Cette particularité a été observée par A. Chniouel entre un acier consolidé à partir de la poudre Praxair et un acier présentant des propriétés plus « classiques » pour un acier 316L consolidé par L-PBF. Par conséquent, la taille de grains n'est pas un facteur prépondérant pour expliquer les différences de propriétés mécaniques. Comme mentionné précédemment, plusieurs facteurs peuvent être mentionnés : les contraintes résiduelles, la densité de dislocations initiale, ou encore la présence d'éléments durcissants dans la matrice ou sous forme de précipités.

La morphologie peut également entrer en ligne de compte. L'anisotropie des propriétés mécaniques de l'acier SLM peut en partie être expliquée par l'allongement des grains selon *BD*. La taille des grains « effective » selon *BD* est alors plus élevée que dans la direction orthogonale à *BD*. Cette différence induit alors une densité de joints de grains plus élevée, joints qui sont autant d'obstacles à la propagation des dislocations. Cet effet n'est pas significatif dans le cas de l'acier Praxair car les propriétés mécaniques sont isotropes alors que les tailles de grain $\parallel BD$ et $\perp BD$ sont différentes, respectivement 12,0 ± 0,9 µm et 7,5 ± 0,6 µm, mais ceci peut s'expliquer par une différence plus faible que pour l'acier SLM.

Par ailleurs, le mécanisme principal expliquant d'écrouissage des aciers TWIP est la réduction du libre parcours moyen des dislocations dans le matériau car les macles mécaniques formées divisent des grains en sous-domaines plus fins [214,215]. Dans le cas plus spécifique des aciers 316L consolidés par L-PBF, Pham et al. [159] considèrent que cet effet est fortement atténué par la présence d'une sous-structure submicrométrique (de l'ordre de 0,5 µm), plus fine que l'espacement moyen entre les macles mécaniques qui varie entre 1 et 5 µm. Combiné à la présence de porosités, l'écrouissabilité des aciers 316L L-PBF s'en retrouve très diminuée. Kong et al. [216] mentionnent également le rôle important de la sous-structure cellulaire dans le comportement mécanique. Ils montrent néanmoins que cette sous-structure bloque également les mouvements des dislocations, mais de manière moins efficace que les joints de grains.

Dès lors, comme ces deux aciers présentent une sous-structure cellulaire, l'influence de la taille et de la morphologie des grains sur les propriétés en traction peut certes être non négligeable, mais limitée par rapport aux autres facteurs mentionnés jusque-là. Cette hypothèse peut alors expliquer :

- Le non-respect de la loi de Hall-Petch : la taille de grains normalement utilisée n'est plus strictement la taille moyenne de grains. Elle doit prendre en compte l'effet de cette sous-structure cellulaire.
- L'isotropie de l'acier Praxair : l'effet de la morphologie des grains est atténué par cette sous-structure, qui elle, est isotrope à l'échelle macroscopique.

3.6. Bilan du chapitre 3

Ce chapitre s'est concentré sur les propriétés microstructurales et en traction des aciers 316L L-PBF consolidés lors de cette thèse.

Tout d'abord, il est d'importance de rappeler que la microstructure consolidée dépend de deux facteurs principaux, qui sont régulièrement mentionnés dans la littérature scientifique [27] :

- Les paramètres machines de consolidation ;
- Les caractéristiques de la poudre utilisée.

Ces deux facteurs ont pu être mis en lumière également dans cette étude par la consolidation d'une même poudre (la poudre SLM) sur deux machines utilisant deux stratégies différentes (la TruPrint série 1000 et la SLM 280_{HL}) et par la consolidation sur une même machine avec les mêmes paramètres (la SLM 280_{HL}) de deux poudres aux caractéristiques différentes (les poudres SLM et Praxair).

Plusieurs conclusions peuvent être dégagées de cette première étude microstructurale :

- Une augmentation de la densité volumique d'énergie sans changement significatif de la distance inter-cordon conduit à la formation de grains plus colonnaires et à une texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD* plus intense.
- Un changement de la poudre initiale peut conduire à des modifications drastiques des propriétés microstructurales de l'acier 316L consolidé. La microstructure SLM présente des grains colonnaires selon *BD* ainsi qu'une texture $\langle 110 \rangle$ selon cette direction assez intense. La microstructure Praxair présente une microstructure beaucoup plus fine avec une texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD* très faible. Les grains ne sont pas tout à fait équiaxes mais ont un rapport d'aspect plus faible que les grains de la microstructure SLM. Par ailleurs, une différence de distribution de désorientations des joints grains a pu être observée. La cause précise de ces disparités reste encore inconnue. Toutefois, l'analyse chimique des deux poudres et le benchmark effectué par A. Chniouel [5] suggèrent une importance probable de la teneur en azote, qui varie d'un facteur 10 entre ces deux poudres.

L'étude s'est également focalisée sur les propriétés mécaniques en traction des deux aciers consolidés. Tout d'abord, les consolidations d'ébauches parallélépipédiques de 60 x 20 x 15 mm^3 à la verticale ou à l'horizontale du plateau de construction ne provoquent pas de changements notables des propriétés mécaniques en traction. Les aciers consolidés ont été testés dans deux directions : $\parallel BD$ et $\perp BD$. L'acier SLM présente une forte anisotropie dans son comportement en traction, qui est en accord avec l'anisotropie de la microstructure consolidée. En effet, une direction de traction $\parallel BD$ induit des résistances mécaniques plus faibles mais un allongement à rupture plus élevé qu'une direction de traction $\perp BD$. L'acier Praxair présente de son côté une isotropie de ses propriétés en traction. Les résistances mécaniques, $R_{p0,2}$ et R_m, sont plus élevées pour l'acier SLM que pour l'acier Praxair. Les propriétés en traction de l'acier Praxair se rapprochent d'un acier 316L conventionnel, avec un écrouissage plus faible certainement dû aux contraintes résiduelles héritées du procédé L-PBF.

La détermination, grâce aux courbes d'écrouissage, des contraintes critiques de maclage a permis de montrer que, pour l'acier SLM, le maclage est activé pour une valeur de contrainte plus

faible d'environ 100 MPa lorsque la direction de traction est selon *BD*. Comme l'acier SLM présente une forte texture $\langle 110 \rangle$ selon la direction de construction et que le maclage est favorisé lorsque la direction de traction est colinéaire à la direction $\langle 110 \rangle$ des grains, **la texture cristallographique joue un rôle prépondérant dans la ductilité du matériau, et donc dans les propriétés en traction**. L'analyse métallographique des éprouvettes rompues a confirmé l'intense activité en maclage lorsque la direction de traction est selon *BD*. Cette conclusion est appuyée par le fait que les propriétés en traction de l'acier Praxair sont isotropes alors que la morphologie des grains ne l'est pas totalement. Seule la texture est quasi-isotrope, et les contraintes critiques de maclage sont bien égales entre les deux directions testées. Dès lors, une meilleure compréhension des textures des aciers consolidés par L-PBF semble nécessaire pour développer des nuances par FA métallique possédant des propriétés mécaniques singulières.

Il apparaît enfin que **les taille et morphologie des grains jouent probablement un rôle mineur dans les propriétés en traction de ces aciers**, notamment car le mouvement des dislocations peut être bloqué en partie par la sous-structure cellulaire héritée du procédé L-PBF. Cette hypothèse permet alors d'expliquer que l'acier Praxair, de microstructure fine, présente des résistances mécaniques plus faibles que l'acier SLM et l'isotropie des propriétés de l'acier Praxair, qui n'est pas totalement isotrope d'un point de vue microstructural. Les différences de limite d'élasticité et de contrainte maximale entre les deux aciers peuvent être dues aux différents niveaux de contraintes résiduelles, de densités de dislocations initiales ou de concentrations en éléments durcissants.

Dans tous les cas, les valeurs de micro-dureté et de résistance mécanique en traction de l'acier 316L L-PBF soulignent son caractère précontraint, déjà renseigné dans la littérature.

Enfin, l'analyse des faciès de rupture a montré l'absence de rupture le long des joints de bains, même pour l'acier Praxair contrairement à ce qu'a observé A. Chniouel [5]. La rupture est en général ductile pour les deux aciers avec la présence de cupules. Néanmoins de nombreuses zones de rupture mixte et de lèvres de cisaillement ont été observées pour les deux aciers, témoins de l'aspect « précontraint » des matériaux consolidés. Ces zones de rupture mixte peuvent être provoquées par une rupture inter-granulaire ou inter-couches.

Ces faciès révèlent également la présence d'inclusions de taille micrométrique riches en Si, Mn, Cr et O. Elles peuvent être assimilées à des oxydes de type SiO_2 et $MnCr_2O_4$ présents en surface des projections issues du procédé L-PBF. Ces projections, retombant sur la zone de construction, sont alors refondues : la matrice fer de ces projections est mélangée au bain de fusion et les nodules de surface insolubles restent sous forme d'inclusions. Il s'agit alors d'une pollution de la matière in-situ lors de la construction car la très grande majorité des projections est éliminée lors du tamisage de la poudre recyclée. L'acier Praxair présente une densité d'inclusion plus élevée sur les faciès de rupture que l'acier SLM, qui peut être corrélée à la formation de projections plus importante observée lors de la consolidation de cette poudre.

Si une densité excessive de ces inclusions peut fortement altérer les propriétés en traction des aciers, l'absence de corrélation observée dans cette étude entre présence accrue d'inclusions et altération de ces propriétés implique deux conclusions : la densité des inclusions est trop faible pour avoir une influence sur les propriétés mécaniques et les microstructures de l'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF sont suffisamment résistantes à la fissuration pour limiter l'impact de ces inclusions.

4. Propriétés en laminage à froid de l'acier 316L L-PBF

Ce chapitre se concentre sur une étude portant sur l'évolution des propriétés microstructurales et mécaniques en traction au cours du laminage à froid des deux aciers SLM et Praxair exposés au Chapitre **3**.

Après les deux premières courtes parties résumant le plan d'expérience complet de cette étude et les résultats de certains essais préliminaires, l'évolution microstructurale, en particulier d'un point de vue des propriétés granulaires et texturales, des aciers SLM et Praxair au cours du laminage est présentée.

Le comportement en maclage de ces aciers est exposé en détail dans une partie séparée. Elle exposera également un protocole de traitement des cartographies EBSD permettant d'identifier les variants de maclage activés expérimentalement. Cette étude portera également sur les conditions de maclage des aciers 316L au cours du laminage à froid en fonction des valeurs de facteurs de Schmid.

La dernière partie de ce chapitre se concentre sur les propriétés mécaniques, essentiellement en traction des aciers SLM et Praxair laminés à froid. Les essais de traction ont été effectués selon plusieurs directions de sollicitation afin d'avoir une représentation générale de ces propriétés sur des ébauches laminées.

4.1. Plan d'expérience complet

Cette étude a porté sur plusieurs paramètres : la microstructure de départ, le taux de laminage et la direction de laminage par rapport à la direction de construction *BD* des ébauches. Elle porte sur l'analyse d'ébauches de dimensions 60 x 20 x 15 mm^3 consolidées à partir des poudres SLM et Praxair sur la SLM 280_{HL}, puis laminées sur le laminoir plan situé à l'INSA de Rennes.

Deux taux sont analysés ici : 10% et 20% de réduction d'épaisseur, en utilisant l'expression **(6)** présentée dans le chapitre **2**. La valeur maximale de 20% a été décidée pour deux raisons principales : 20% est un taux de laminage courant dans l'industrie pour la mise-en-forme des aciers, et l'acier 316L conventionnel ne développe pas de martensite sous contrainte après une déformation à ce taux [165,173]. Outre le fait d'être un taux intermédiaire entre 0 et 20%, le taux de laminage plus faible à 10% permet également d'analyser de manière plus fine les modes de déformation du 316L L-PBF en laminage et leur évolution.

Du fait de l'anisotropie microstructurale et mécanique des aciers 316L consolidés dans cette thèse, en particulier pour l'acier SLM, la direction de laminage *RD* peut avoir un impact sur les propriétés du matériau post-laminage. La consolidation des ébauches dans deux configurations, soit à la verticale soit à l'horizontale du plateau de construction, conduit à deux situations distinctes : les ébauches verticales ***(V)*** ont une direction de laminage *RD* colinéaire à *BD* ; les ébauches horizontales ***(H)*** ont une direction de laminage *RD* orthogonale à *BD*, la direction de construction étant colinéaire à l'axe de compression des rouleaux de laminage *ND*.

Le **Tableau 4.1** résume les configurations étudiées dans ce chapitre, ainsi que leur nom selon la nomenclature exposée en **2.2.3**.

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Configuration de construction	V	H	V	H
$\boldsymbol{\varepsilon = 10\%}$	SSV_L10	SSH_L10	SPV_L10	SPH_L10
$\boldsymbol{\varepsilon = 20\%}$	SSV_L20	SSH_L20	SPV_L20	SPH_L20

Tableau 4.1 - Récapitulatif des configurations étudiées en tenant compte de la nomenclature exposée en **2.2.3**.

4.2. Essais préliminaires et porosité

4.2.1. Laminage maximal possible sans fissuration

Le laminage de l'acier 316L conventionnel est possible jusqu'à des taux de déformation de 90% sans fissuration du matériau comme référencé par Eskandari et al. [173]. Par ailleurs, dans une publication très récente de 2022, Aota et al. [168] ont pu laminer du 316L L-PBF jusqu'à 63%.

Les ébauches ici construites ont pu être laminées jusqu'à 80% de réduction d'épaisseur sans fissuration apparente du matériau. Cette observation démontre bien la possibilité de déformer de manière extrêmement importante ces matériaux. Cette capacité de déformation sans fissuration est

nécessaire en vue de l'intégration des matériaux L-PBF dans le catalogue des nuances pouvant être mises en forme.

4.2.2. Porosité et densité relative

La densité relative des ébauches laminées a été mesurée par la méthode d'Archimède exposée en **2.3.2**. Les densités restent stables entre les ébauches brutes de fabrication et laminées à froid, s'élevant à 99,73 ± 0,05 % pour toutes les configurations étudiées.

Le laminage à froid n'a ainsi pas permis de fermer les rares porosités du matériau, qu'elles soient ouvertes ou fermées. Les ébauches sont considérées ici comme denses ; donc le laminage n'a donc qu'un impact minime sur leur porosité finale. Toutefois, les ébauches sont déjà denses à l'état initial, donc l'impact du laminage reste très faible dans le cas étudié ici.

4.3. Effet du laminage à froid sur les propriétés microstructurales du 316L L-PBF

Remarques préliminaires

Tout d'abord, les définitions du rapport d'aspect et de l'angle Θ sont identiques à celles fixées au début du chapitre **3**.

Une difficulté courante dans le traitement des cartographies EBSD, notamment pour déterminer la distribution de tailles de grains, est la prise en compte ou non des macles, thermiques ou mécaniques. Ces macles sont, d'après le critère de Brandon, des joints de type $\Sigma 3$ ayant une désorientation de 60° ± 10° avec un axe spécifique $\langle 111 \rangle$. Dans le cas des aciers 316L étudiés ici, la déformation par laminage à froid entraîne la formation de macles mécaniques (cf. **4.4**) qui peuvent modifier les caractéristiques granulaires déduites de l'analyse EBSD.

Un moyen courant d'éviter de prendre en compte les macles dans la définition des grains est d'éliminer ces joints de type $\Sigma 3$. Mais ce moyen est difficile à mettre en œuvre dans notre cas, en particulier pour l'acier Praxair, à cause des nombreux joints de grains de type $\Sigma 3$ incohérents issus de la consolidation, dont certains peuvent être considérés comme des joints de macle lors du traitement par le logiciel EBSD. Ces raisons ont poussé à mesurer les tailles moyennes de grains à l'aide d'analyses EBSD effectuées sur un MEB à filament de Tungstène (cf. **2.3.3.3.3**) qui n'a pas la résolution nécessaire pour indexer les macles mécaniques comme le montre la **Figure 4.1**. En effet, même à un grossissement élevé, dans le cas présent x2000, les macles mécaniques observables en électrons secondaires après attaque chimique ne sont pas indexées lors de l'analyse EBSD. Elles ne sont pas non plus indexées à un grossissement plus faible et n'entrent donc pas dans les calculs de tailles de grains effectués par le logiciel ESPRIT. Les autres indicateurs comme la texture cristallographique ont été calculés à partir de cartographies réalisées sur le MEB de type FEG qui permet d'indexer les macles mécaniques.

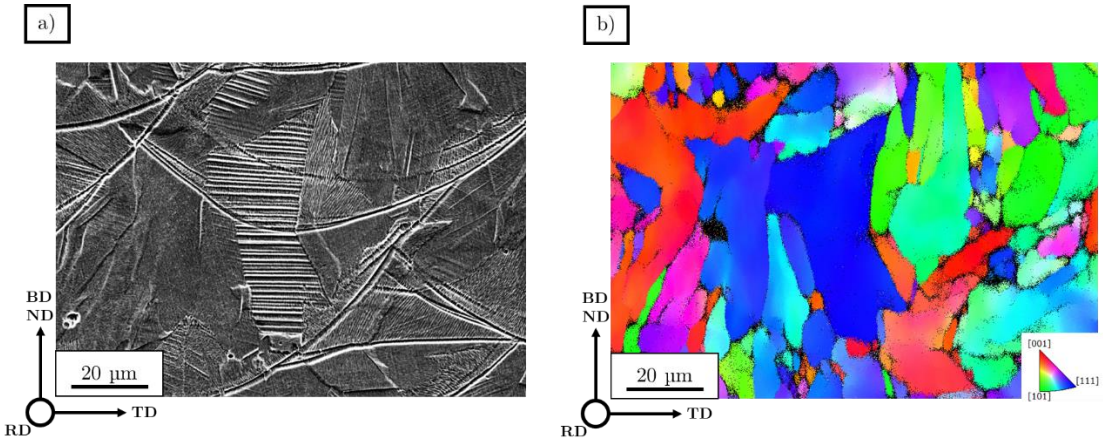


Figure 4.1 - **a)** Micrographie MEB-SE de la microstructure de l'échantillon **SPH_L10**.
b) Cartographie en figure de pôles inverse correspondante selon Z=RD (IPF-Z) du même échantillon.

Pour toutes les configurations étudiées dans cette partie, aucune martensite sous contrainte n'a été observée que ce soit par analyse EBSD ou par analyse DRX. Ceci est cohérent avec la litérature où aucune martensite sous contrainte n'a été observée pour un acier 316L L-PBF laminé à 63% [168] et où la martensite n'est observée qu'à partir de 30% de laminage sur les aciers 316L conventionnels [165,173].

4.3.1. Acier SLM – Cas d'un acier 316L L-PBF « classique »

4.3.1.1. Taille et morphologie des grains

Le laminage à froid des ébauches en acier SLM induit des changements de taille et de morphologie des grains comme le montre le **Tableau 4.2**. Les analyses ont été menées sur des cartographies EBSD de 721,5 x 541,1 µm^2, avec un pas de 0,70 µm par pixel, comportant en moyenne entre 700 et 1200 grains.

Taux de laminage ε	**Taille moyenne (µm)**		**Rapport d'aspect**		**Angle Θ (°)**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	86,2 ± 1,5		0,34 ± 0,01		72,0 ± 0,6	
ε = 10%	76,9 ± 2,1	69,0 ± 2,3	0,34 ± 0,01	0,46 ± 0,01	74,7 ± 1,2	60,0 ± 1,1
ε = 20%	64,6 ± 1,8	58,7 ± 1,4	0,32 ± 0,01	0,50 ± 0,01	77,2 ± 0,8	57,7 ± 0,6

Taille moyenne de grain en pondération surfacique. Rapport d'aspect =l/L.

Tableau 4.2 - Taille et morphologie des grains de l'acier SLM laminé à 10% et 20% dans les cas **SSV** et **SSH**.

Il ressort tout d'abord des mesures de tailles moyennes de grain que l'acier SLM est sujet à un affinement de grains pour les deux directions de laminage dès un taux de réduction d'épaisseur de 10%. Il existe une différence d'intensité de cet affinement de grains entre les configurations **SSV** et **SSH**. L'affinement de grains est plus accentué pour les configurations **SSH**, où la direction de laminage est orthogonale à *BD*.

La morphologie des grains évolue également, en particulier pour les configurations **SSH**. En effet, le rapport d'aspect augmente de manière continue entre l'état brut de fabrication et les états laminés à 10% et 20% en passant successivement par les valeurs 0,34, 0,46 et 0,50. Les grains perdent donc leur caractère colonnaire, à un point tel que la microstructure de la configuration **SSH_L20** entre dans les critères d'une microstructure équiaxe [202]. Cette observation est appuyée par la diminution de l'angle Θ pour ces états laminés, chutant de 72,0° ± 0,6° dans l'état brut à 57,7° ± 0,6° dans l'état **SSH_L20**. Dans cette configuration de laminage, la direction de laminage est certes orthogonale à la direction de construction, mais surtout la direction de compression entre les rouleaux *ND* est colinéaire à *BD*. Dès lors, les grains sont comprimés selon leur longueur, ce qui explique en partie le fort affinement de grains observé et l'évolution de leur morphologie d'un état colonnaire à un état proche équiaxe. Cette différence morphologique est également visible directement sur les cartographies de grains comme en **Figure 4.2 a)**.

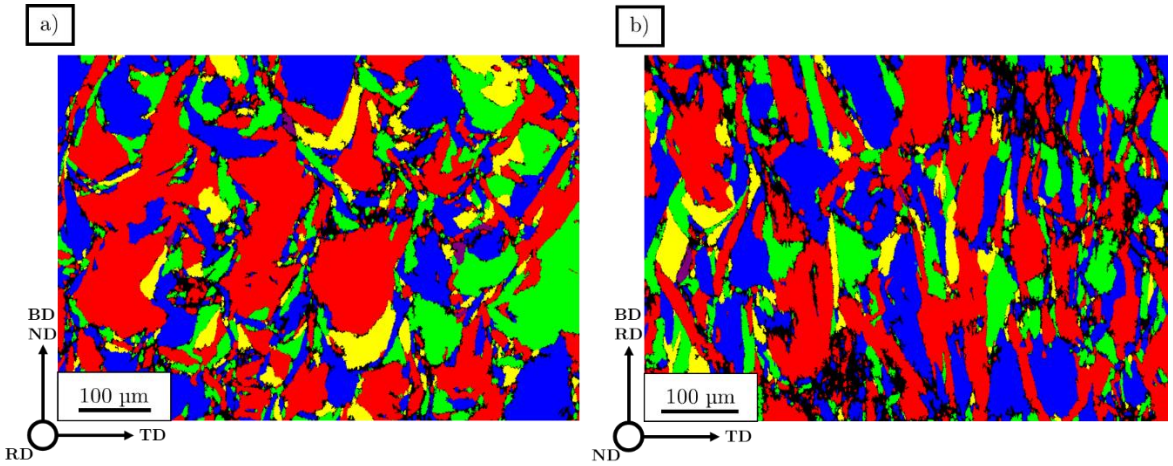


Figure 4.2 - **a)** Cartographie de grains de l'échantillon **SSH_L20**.
b) Cartographie de grains de l'échantillon **SSV_L20**.

Une direction de laminage colinéaire à *BD* n'implique pas de changement significatif du rapport d'aspect des grains qui reste stable autour de 0,33 en moyenne. De même, l'angle Θ augmente très légèrement, signe d'un léger alignement des grains selon $RD \parallel BD$. Deux hypothèses peuvent expliquer ces faibles évolutions : le caractère colonnaire des grains de l'acier SLM qui peut limiter leur capacité à s'allonger selon cette direction et l'affinement de grains qui tend à créer de nouveaux grains de forme plutôt équiaxe.

Toutefois, les affinements sont observés sur une étude menée à deux dimensions, dans le plan d'observation (BD, TD). La déformation plastique étant isochore et une recristallisation dynamique n'étant pas envisageable à ces niveaux de déformation [173], les affinements mis en évidence ici peuvent être qualifiés d'apparents. Deux effets poussent à nuancer ces observations :

- Un effet lié aux observations à 2D. Des analyses dans le plan (RD, ND) pourraient mieux rendre compte des modifications de la taille des grains.
- Un effet lié au traitement des analyses EBSD. Le seuil de désorientation maximale des grains est fixé à 10°. L'augmentation de la désorientation moyenne des grains suite au laminage à froid peut également amener à la comptabilisation de grains plus fins.

Néanmoins, les modifications morphologiques observées sur les grains restent valables, dans le plan d'observation (BD, TD).

4.3.1.2. Évolution de la texture cristallographique

La texture cristallographique ⟨110⟩ selon *BD* reste prédominante sur les microstructures des ébauches laminées. L'intensité de cette texture est diminuée par rapport à l'état initial comme exposé en **Figure 4.3** et dans le **Tableau 4.3**.

La texture de fibre initiale ⟨110⟩ selon *BD* reste présente dans l'ensemble des configurations **SSV** et **SSH**. Tout d'abord, le laminage à un taux de 10% n'induit qu'un faible déclin de la texture de fibre. Ce déclin s'amplifie fortement entre les taux de 10% et 20% avec un indice de texture chutant par rapport à l'état brut de 40% pour la configuration **SSV_L20** et de 20% pour la configuration **SSH_L20**.

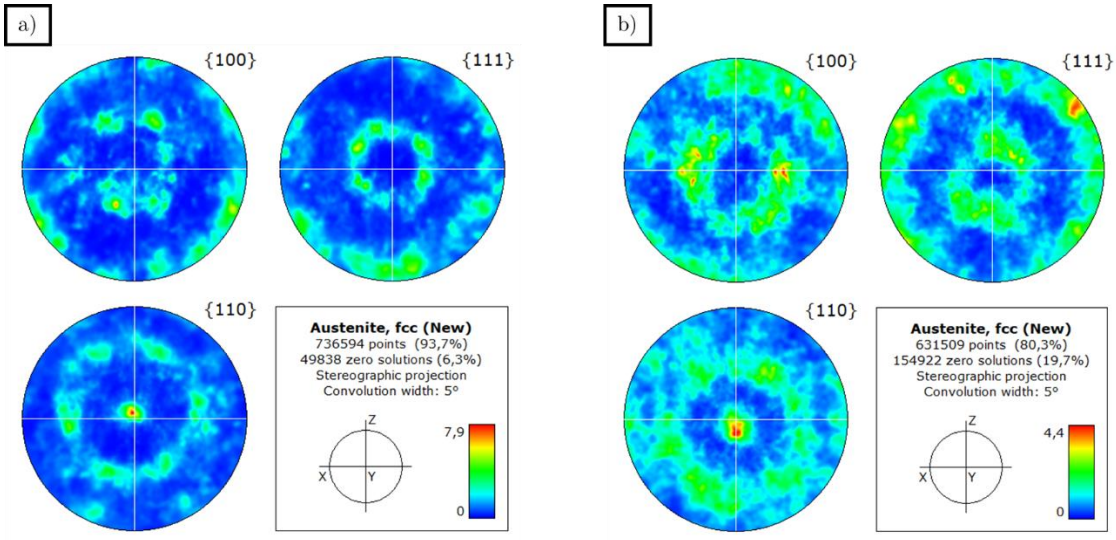


Figure 4.3 - **a)** Figure de pôles de l'échantillon **SSV_L20**.
b) Figure de pôles de l'échantillon **SSH_L20**.

Taux de laminage ε	**Indice de texture**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	5,09	
$\varepsilon = 10\%$	4,98	4,95
$\varepsilon = 20\%$	3,06	3,82

Tableau 4.3 - Indice de texture pour l'acier SLM laminé dans différentes configurations.

Les taux de laminage appliqués ne permettent pas d'observer sur les figures ODF l'apparition d'une nouvelle texture due au laminage à froid, ce qui est cohérent avec les observations de Mao et al. [165] sur l'acier 316L conventionnel.

Dès lors, le laminage à 20% affaiblit la texture initiale héritée du procédé L-PBF mais ne la supprime pas.

4.3.2. Acier Praxair – Cas d'un acier 316L L-PBF à microstructure singulière

4.3.2.1. Taille et morphologie des grains

Les taille et morphologie des grains ont été déterminées sur des analyses EBSD comportant entre 3000 et 7000 grains. Le **Tableau 4.4** résume les caractéristiques moyennes des grains pour les configurations testées.

La taille moyenne de grains en pondération surfacique est relativement stable dans les différents états de laminage. Seule la configuration **SPH_L20** subit un léger affinement de grains avec une baisse de moins de 10% de la taille moyenne. Ces observations montrent une certaine stabilité de l'acier Praxair vis-à-vis de l'affinement de grains jusqu'à un taux de laminage de 20%. Cette stabilité est certainement due à la microstructure brute qui est suffisamment fine pour ne pas être trop impactée par un affinement supplémentaire, même apparent, pour les taux de laminage étudiés ici.

Taux de laminage ε	**Taille moyenne (µm)**		**Rapport d'aspect**		**Angle Θ (°)**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	20,3 ± 0,1		0,43 ± 0,01		63,5 ± 0,1	
$\varepsilon = 10\%$	21,8 ± 0,1	22,5 ± 0,4	0,40 ± 0,01	0,44 ± 0,01	72,4 ± 0,4	65,4 ± 0,6
$\varepsilon = 20\%$	19,7 ± 0,3	18,3 ± 0,4	0,36 ± 0,01	0,48 ± 0,01	71,6 ± 0,8	60,0 ± 0,2

Taille moyenne de grain en pondération surfacique. Rapport d'aspect =l/L.

Tableau 4.4 - Taille et morphologie des grains de l'acier Praxair laminé à 10% et 20% dans les cas **SPV** et **SPH**.

En revanche, la morphologie des grains change suite au laminage à froid, et ce dès un taux de réduction d'épaisseur de 10%. L'orientation du laminage à froid par rapport à la direction de construction a également une influence sur l'évolution de la morphologie de ces grains :

- Lorsque la direction de laminage *RD* est colinéaire à la direction de consolidation *BD*, le rapport d'aspect des grains diminue progressivement pour atteindre 0,36 après 20% de laminage. De plus, l'angle Θ indique que les grains s'alignent selon $RD \parallel BD$. Les grains s'allongent donc suivant la direction de laminage.
- Lorsque *RD* est orthogonale à *BD*, le rapport d'aspect des grains augmente progressivement pour s'approcher de la valeur 0,5 permettant de qualifier les grains d'équiaxes. La légère diminution de l'angle Θ indique que les grains sont en réalité écrasés dans le sens de leur longueur. Cette observation concorde avec l'axe de compression *ND* colinéaire à *BD*.

Les grains sont allongés ou comprimés selon la configuration de laminage. Par contre, la stabilité de la taille moyenne de grains montre que ces transformations de morphologie n'entraînent pas de changements de surface des grains sur la cartographie, et donc probablement pas de changement de volume à l'échelle 3D.

4.3.2.2. Évolution de la texture

Le **Tableau 4.5** résume l'évolution de la texture dominante dans l'acier Praxair dans les différentes configurations de laminage à froid.

Taux de laminage ε	**Indice de texture**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	1,35	
$\varepsilon = 10\%$	1,32	1,44
$\varepsilon = 20\%$	1,21	1,52

Tableau 4.5 - Indice de texture pour l'acier Praxair laminé dans différentes configurations.

La **Figure 4.4** montre que la très légère texture de fibre ⟨110⟩ selon *BD* est toujours présente dans les échantillons laminés. Les indices de texture restent faibles, avec une valeur maximale de 1,52 pour la configuration **SPH_20**. Le matériau reste vierge de toute texture dominante même après 20% de laminage. Par ailleurs, aucune nouvelle composante de texture n'a été observée pour toutes les configurations étudiées.

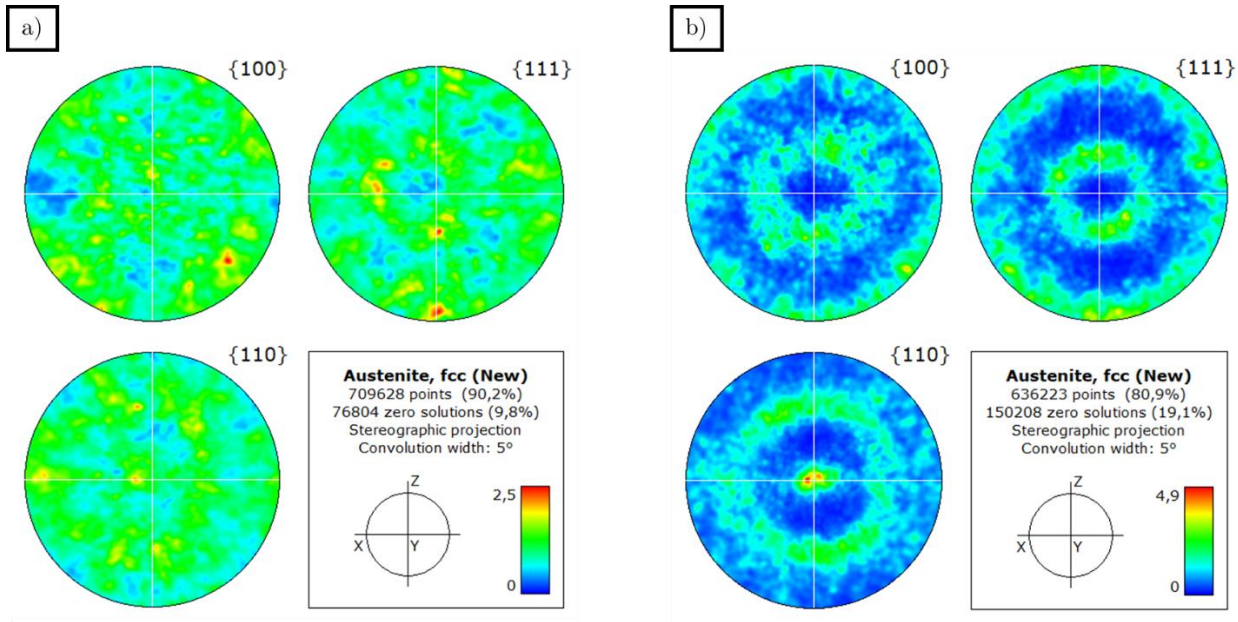


Figure 4.4 - **a)** Figure de pôles de l'échantillon **SPV_L20**.
b) Figure de pôles de l'échantillon **SPH_L20**.

4.3.3. Évolution des propriétés microstructurales suite au laminage à froid

D'après les résultats précédents, les caractéristiques microstructurales après laminage à froid dépendent des propriétés de la microstructure initiale. La **Figure 4.5** permet de dresser et d'illustrer le comparatif des évolutions de taille moyenne de grains et de rapport d'aspect pour les deux aciers.

L'acier SLM subit un important affinement de grains dès 10% de laminage alors que la taille moyenne de grains reste stable pour l'acier Praxair, même après un laminage à froid de 20%. Donc l'acier Praxair, qui possède une microstructure suffisamment fine dans son état brut de consolidation, n'est pas soumis à un affinement de grains. Cette propriété peut être intéressante dans l'optique d'une limitation des recours aux traitements thermiques permettant de restaurer la microstructure. En effet,

ces traitements thermiques posent des problèmes de conservation des spécifications géométriques et dimensionnelles atteintes par les procédés de mise en forme à froid. Ensuite, l'absence de forte texture initiale de l'acier Praxair induit une absence de déclin de texture dominante contrairement à l'acier SLM.

Si l'acier Praxair montre une certaine stabilité granulaire et texturale, le laminage à froid peut modifier de manière assez conséquente la morphologie des grains. La direction de laminage semble jouer un rôle prépondérant dans la modification morphologique des grains. Une direction de laminage colinéaire à la direction de construction entraîne un allongement des grains dans leur longueur. Une direction de laminage orthogonale, et donc une direction de compression *ND* colinéaire à *BD*, implique une compression de ces grains dans leur longueur. Cette influence de la direction de laminage est également visible sur l'acier SLM : les grains ont même un rapport d'aspect moyen de 0,5 signe d'une microstructure équiaxe lorsque l'acier est laminé à 20% avec $ND \parallel BD$. Une direction de laminage *RD* colinéaire à *BD* n'induit pas d'augmentation du rapport d'aspect moyen.

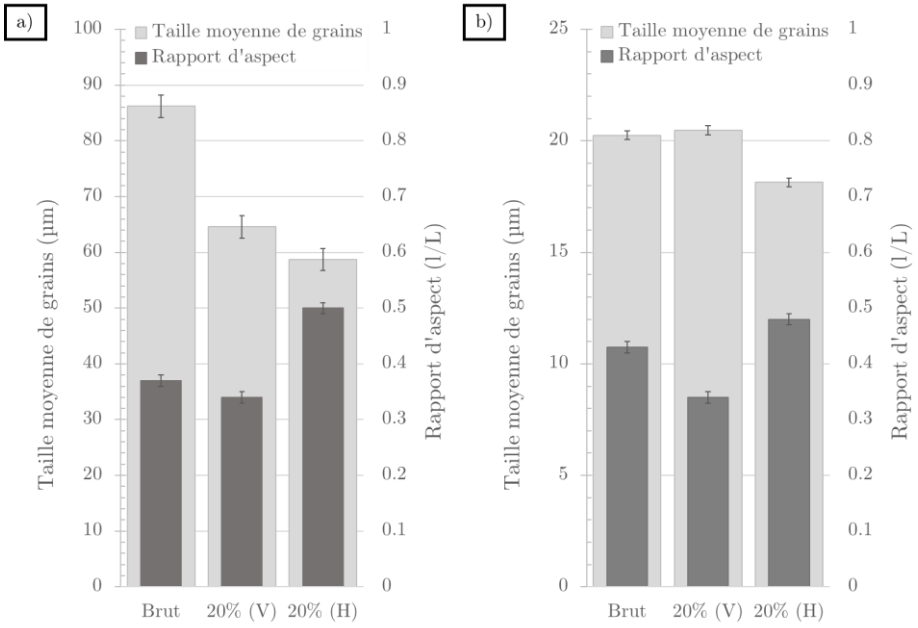


Figure 4.5 - **a)** Évolution de la taille moyenne de grains et du rapport d'aspect moyen des grains pour l'acier SLM brut et laminé dans les configurations ***(V)*** et ***(H)*** – Échantillons **SS**, **SSV_L20** et **SSH_L20**.
b) Évolution de la taille moyenne de grains et du rapport d'aspect moyen des grains pour l'acier Praxair brut et laminé dans les configurations ***(V)*** et ***(H)*** – Échantillons **SP**, **SPV_L20** et **SPH_L20**.

Cette étude a donc permis de montrer que la microstructure de l'acier Praxair présente une stabilité intéressante au laminage à froid, et par extrapolation à la déformation à froid, au moins jusqu'à 20% de réduction d'épaisseur. L'acier 316L L-PBF « classique », représenté ici par l'acier SLM, montre des propriétés microstructurales proches de celles d'un acier 316L conventionnel avec un affinement de grains et un déclin de la texture dominante. Comme mentionné précédemment, cet affinement de grains est apparent et une étude dans le plan (*RD*,*ND*) plus particulièrement peut permettre de mieux rendre compte de l'évolution des grains à trois dimensions.

4.4. Maclage lors du laminage des aciers 316L consolidés par L-PBF

Le laminage à froid d'ébauches en 316L provoque l'activation du maclage mécanique. Cette partie se concentre sur cet aspect et notamment sur le développement d'une méthodologie permettant d'identifier les macles activées dans les microstructures laminées.

4.4.1. Taux surfaciques de grains maclés des microstructures laminées

Afin de déterminer la prépondérance du maclage dans les microstructures laminées, un taux surfacique de macles a été déterminé pour l'ensemble des configurations de laminage. Ces taux surfaciques ont été déterminés sur deux types d'images : les images de contrastes de bandes issues de l'analyse EBSD et les images obtenues en électrons secondaires sur une micrographie attaquée à l'acide oxalique (cf. **Figure 4.6**).

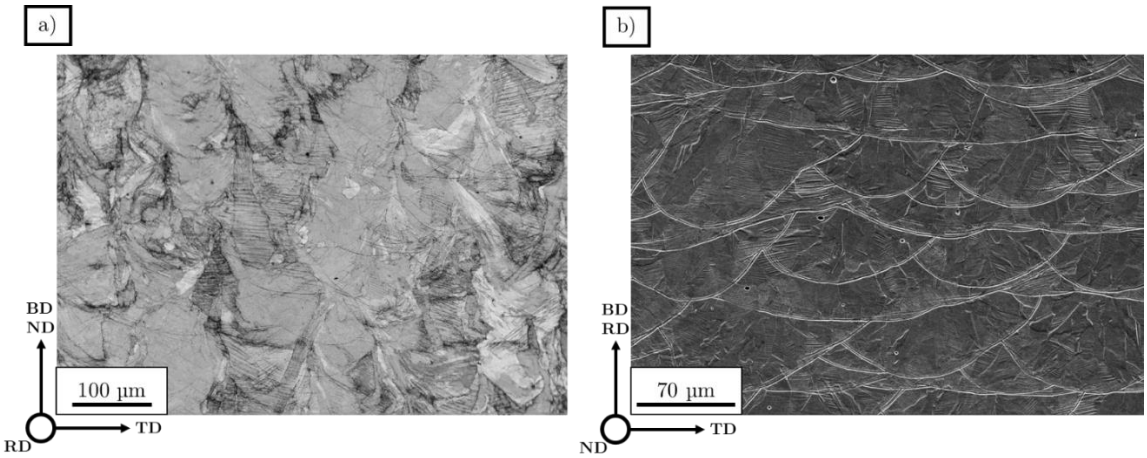


Figure 4.6 - **a)** Cartographie de contraste de bande de l'échantillon **SSH_L20**.
b) Image MEB-SE d'une microstructure Praxair laminée à 20% - **SPH_L20**.

Les macles induisent la formation de fines zones désorientées cristallographiquement de 60° par rapport à la matrice. Si la macle est trop fine pour être indexée, elle va néanmoins brouiller les lignes de Kikuchi captées par la caméra EBSD et ainsi réduire le nombre de bandes indexées sur le pixel considéré. Ces pixels ressortent alors plus foncés sur la cartographie de contraste de bandes. Ces cartographies permettent ainsi de révéler plus de macles que les cartographies IPF, qui vont permettre, elles, de confirmer que les bandes observées sont bien des macles.

La détermination des taux surfaciques de grains maclés est réalisée par la suite de manière manuelle à partir de ces images sur le logiciel ImageJ. Pour chaque configuration, entre deux et trois images ont été traitées. Les résultats sont consignés dans le **Tableau 4.6**.

En premier lieu, l'augmentation du taux de laminage induit une augmentation des taux surfaciques de grains maclés pour toutes les configurations étudiées. Les macles mécaniques traversent les joints de bain de fusion pourvu que le grain soit à cheval entre deux bains (cf. **Figure 4.6 b)**).

Cette observation confirme le caractère « transparent » des joints de bains dans les caractéristiques granulaires et microstructurales des aciers L-PBF.

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
$\boldsymbol{\varepsilon = 10\%}$	19% ± 2%	10% ± 2%	24% ± 2%	19% ± 2%
$\boldsymbol{\varepsilon = 20\%}$	40% ± 4%	22% ± 4%	38% ± 2%	36% ± 2%

Tableau 4.6 - Taux surfaciques de grains maclés pour les configurations étudiées.

Pour l'acier SLM, ce taux est systématiquement plus élevé lorsque la direction de laminage est selon *BD*. Il double même entre les deux directions de laminage. Donc la configuration de laminage ***(V)*** pour laquelle $RD \parallel BD$ semble plus favorable au maclage que la configuration de laminage ***(H)*** pour laquelle $RD \perp BD$. En revanche, cette observation ne peut pas être faite pour l'acier Praxair, pour lequel le changement de direction de laminage ne s'accompagne pas d'une différence significative des taux surfaciques de grains maclés.

Comme exposé et démontré dans la section 3.5, l'activation du maclage en traction pour une microstructure donnée est exclusivement tributaire de la texture cristallographique dominante de cette dernière. Or, le laminage peut être modélisé par la combinaison de deux sollicitations : l'une en compression dans l'axe des rouleaux et l'autre en traction selon la direction de laminage (cf. **1.4.1.1.4**). L'absence de différences pour les taux surfaciques de grains maclés pour l'acier Praxair pourrait être expliquée par le caractère isotrope de sa texture cristallographique. Le raisonnement inverse peut alors être tenu pour l'acier SLM.

Par conséquent, pour étudier plus précisément la cause de ces différences de comportement entre l'acier SLM et l'acier Praxair, une analyse de l'activation du maclage à l'échelle granulaire a été menée dans le cas du laminage à froid.

4.4.2. Protocole de détermination expérimentale du variant de maclage activé

Comme exposé en **1.4.1.1**, deux modes de déformations principaux sont à considérer pour l'acier 316L, conventionnel ou consolidé par L-PBF : le glissement de dislocations et le maclage mécanique. Les calculs présentés ici ne concernent que des structures CFC. Le but principal de cette sous-section est de déterminer expérimentalement les variants activés suite au laminage à froid. Pour ce faire, le calcul des facteurs de Schmid (m) apparaît comme un indicateur précieux pour ces déterminations.

En se fondant sur les travaux de Bertrand et al. [176] et Luo et al. [177], il est possible de déterminer les variants de macle activés sur un matériau déformé, ici suite au laminage à froid. L'intérêt principal sera de déterminer l'importance relative des composantes en traction et en compression lors du laminage à froid de l'acier 316L L-PBF sur l'activation des différents systèmes de déformations, maclage ou glissement.

4.4.2.1. Définition des systèmes de glissement et des variants de maclage

Comme défini dans l'état de l'art, le glissement et le maclage interviennent selon des plans et des directions cristallographiques bien définis : $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$ respectivement pour une structure CFC. Ces familles de plans et de directions regroupent plusieurs couples plan/direction uniques au nombre total de 12 par mode de déformation, appelés systèmes pour le glissement et variants pour le maclage, qui sont définis en **Tableau 4.7**.

Chacun de ces systèmes/variants représente une orientation cristalline bien définie. Le calcul des facteurs de Schmid pour l'ensemble de ces systèmes/variants pour une sollicitation donnée indiquera si l'un d'eux est favorable ou non par rapport à l'orientation de la contrainte appliquée. Pour rappel, un facteur de Schmid compris entre 0,40 et 0,50 est considéré en général comme favorable.

En pratique, les valeurs de *cos(φ)* et de *cos(λ)* du facteur de Schmid sont respectivement calculées par le produit scalaire entre les vecteurs unitaires des direction et plan considéré, et le vecteur unitaire de la direction de sollicitation.

a)

Systèmes	Plan {111}	Direction ⟨110⟩
G01	(1 1 1)	[1 0 1]
G02	(1 1 1)	[1 1 0]
G03	(1 1 1)	[0 1 1]
G04	(1 1 1)	[1 0 1]
G05	(1 1 1)	[1 1 0]
G06	(1 1 1)	[0 1 1]
G07	(1 1 1)	[1 0 1]
G08	(1 1 1)	[1 1 0]
G09	(1 1 1)	[0 1 1]
G10	(1 1 1)	[1 0 1]
G11	(1 1 1)	[1 1 0]
G12	(1 1 1)	[0 1 1]

b)

Variants	Plan {111}	Direction ⟨112⟩
M01	(1 1 1)	[1 1 2]
M02	(1 1 1)	[2 1 1]
M03	(1 1 1)	[1 2 1]
M04	(1 1 1)	[1 2 1]
M05	(1 1 1)	[1 1 2]
M06	(1 1 1)	[2 1 1]
M07	(1 1 1)	[2 1 1]
M08	(1 1 1)	[1 2 1]
M09	(1 1 1)	[1 1 2]
M10	(1 1 1)	[1 1 2]
M11	(1 1 1)	[2 1 1]
M12	(1 1 1)	[1 2 1]

Tableau 4.7 - a) Systèmes de glissement.
b) Variants de maclage.

4.4.2.2. Principe général

Le protocole utilisé repose sur une information issue de l'analyse EBSD : les angles d'Euler, φ_1, Φ, et φ_2 dans la notation de Bunge, qui représentent pour chaque pixel l'orientation de la maille cristalline dans l'espace d'Euler.

Ce protocole met en œuvre une reconstruction sur le logiciel CaRIne de la projection stéréographique de la matrice d'un grain maclé, à partir des valeurs moyennes de ses angles d'Euler.

En connaissant les directions macroscopiques de sollicitation, les directions cristallographiques de sollicitation pour le grain considéré sont déduites. Il s'agit cependant d'une approximation forte dans la mesure où les sollicitations macroscopiques d'un matériau peuvent être différentes des sollicitations locales sur le grain analysé comme indiqué en **3.5.1.4**. Le calcul des facteurs de Schmid en glissement et en maclage permet ensuite de révéler les systèmes/variants susceptibles d'être activés. Pour le maclage, la détermination précise du variant réellement activé est faite par correspondance entre la projection stéréographique de la macle construite à partir de la matrice sur CaRIne, et certaines données de la cartographie EBSD.

Pour illustrer ce protocole, une cartographie EBSD réalisée au MEB-FEG avec un grandissement x500 est présentée en **Figure 4.7**. Le matériau étudié est de nomenclature **SSV_L10**, matériau consolidé à partir de la poudre SLM sur la SLM 280_{HL}, avec une direction de laminage *RD* colinéaire à *BD*. Le grain (A) sert d'illustration.

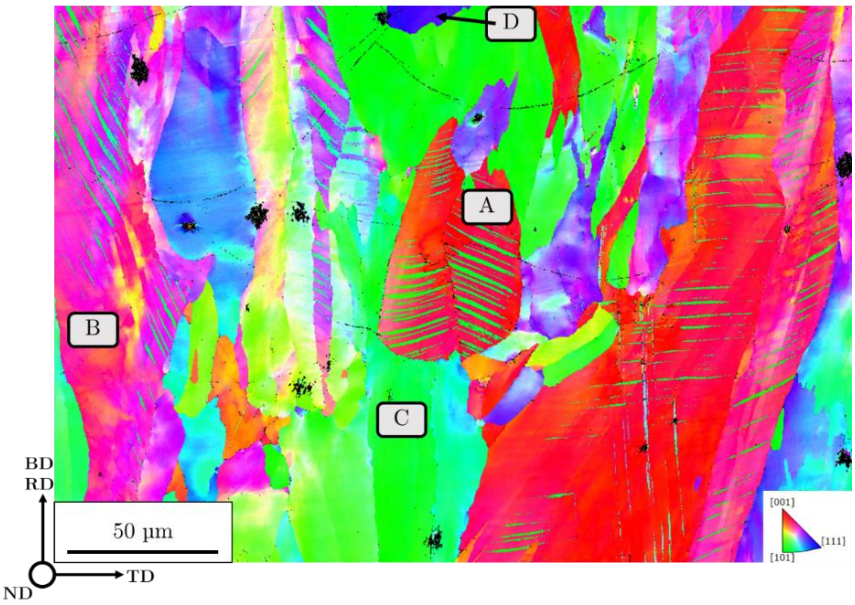
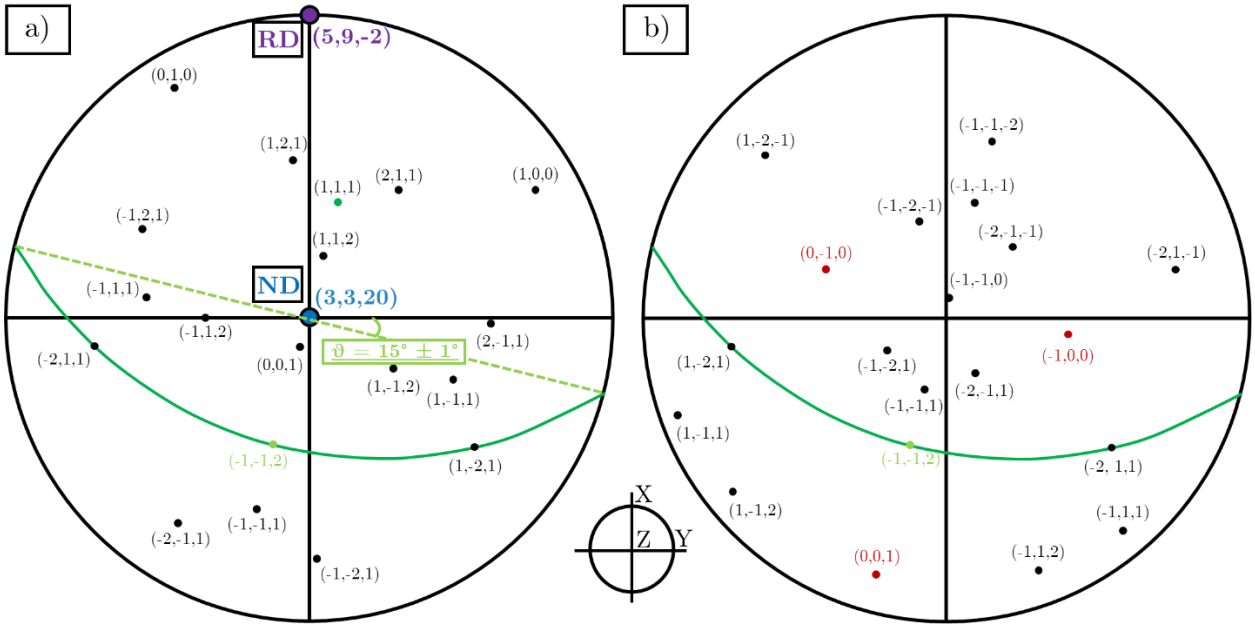


Figure 4.7 - Cartographie IPF selon Z=ND (IPF-Z) de la section transverse (BD x TD) de l'échantillon **SSV_L10**.

4.4.2.3. Construction de la projection stéréographique à partir des angles d'Euler

À partir des angles d'Euler moyens du grain (A) qui sont [160° ; 12° ; 230°], il est possible de reconstruire la projection stéréographique de la matrice de ce grain comme exposé en **Figure 4.8 a)**.



Les directions de sollicitation ND et RD sont représentées ainsi que le pôle de maclage activé et la trace correspondante en vert.

Figure 4.8 - **a)** Projection stéréographique reconstruite du grain (A) avec les pôles de famille {111} et {112}.
b) Projection stéréographique du variant (111)[-1 -1 2] déduite du grain (A) par application de la relation de macle.

Pour cette reconstruction, il faut faire correspondre la base de projection avec celle utilisée par le logiciel EBSD ESPRIT de Bruker.

Pour ce faire, le protocole suivant a été utilisé :

1. Le pôle (001) est placé au centre de la projection, avec à sa droite le pôle (100). Le pôle (010) est placé en haut de la projection.
2. Trois rotations sont ensuite effectuées : une rotation de -φ_1 autour de (001), une rotation de –Φ autour de (100) et une rotation de φ_2 de nouveau autour de (001).

Est obtenu alors la projection stéréographique de la matrice qui correspond à la figure de pôle du grain (A) obtenue par EBSD dans le repère (X, Y, Z) de l'EBSD.

Les rotations mentionnées dans ce protocole peuvent légèrement varier selon les logiciels d'où sont extraits les angles d'Euler, leur définition pouvant être différente entre ESPRIT, OIM ou HKL.

4.4.2.4. Détermination des variants possiblement activés

À partir de la projection stéréographique de la matrice, il est possible de déterminer les directions cristallographiques qui correspondent aux sollicitations macroscopiques en traction *RD* et en compression *ND* lors du laminage. Dans la configuration de laminage de cet échantillon, *ND* est colinéaire à $\mathbf{Z}_{\text{EBSD}}$ et *RD* à $\mathbf{Y}_{\text{EBSD}}$.

Par la suite, ces groupes de coordonnées pour les deux directions de sollicitation sont utilisés pour le calcul des valeurs de facteurs de Schmid pour chaque variant de maclage identifié dans le **Tableau 4.7 b)** :

- la valeur en traction m_{RD}, qui ne prend en compte qu'une sollicitation en traction selon *RD* ;

- la valeur en compression m_{ND}, qui ne prend en compte qu'une sollicitation en compression selon *ND* ;
- et la valeur effective en laminage m_{eff}, qui a été définie en **1.4.1.1.4** et qui prend en compte les contributions en traction selon *RD* et en compression selon *ND*.

Le **Tableau 4.8** montre les valeurs calculées des facteurs de Schmid pour les 12 variants de maclage.

Telle que défini dans ce manuscrit, une valeur de facteur de Schmid négative indique un variant de maclage favorable en compression car conduisant à une contraction du cristal selon *ND*. Inversement, une valeur de facteur de Schmid positive indique un variant de maclage favorable en traction car conduisant à une élongation du cristal selon *RD*.

Variants	m_{RD}	m_{ND}	m_{eff}
M01	0,46	-0,50	0,48
M02	-0,08	0,25	-0,16
M03	-0,39	0,25	-0,32
M04	-0,27	0,33	-0,30
M05	0,00	-0,45	0,23
M06	0,27	0,12	0,07
M07	0,07	0,33	-0,13
M08	-0,11	0,12	-0,12
M09	0,03	-0,45	0,24
M10	0,34	-0,36	0,35
M11	0,03	0,18	-0,07
M12	-0,38	0,18	-0,28

Tableau 4.8 - Valeurs des facteurs de Schmid en traction, en compression et en laminage pour les 12 variants de maclage du grain (A).

D'après les critères exposés précédemment, le variant ***M01***, qui correspond au variant de plan de macle (111) et de direction de maclage [112], présente des valeurs de facteurs de Schmid très favorables car toutes supérieures à 0,45 en valeur absolue. Ce variant est donc le plus susceptible d'être activé lorsque ces sollicitations sont imposées.

La projection stéréographique de ce variant peut alors être déduite de celle du grain. Pour cela, une rotation de 180° autour de la direction de maclage [112] est effectuée (**Figure 4.8 b)**). Alternativement, une rotation de 180° autour de la normale au plan de macle (111) aurait donné le même résultat. Cette opération est justifiée par la définition cristallographie du maclage [170,217]. En effet, K_1 étant le plan de macle et $\overrightarrow{\eta_1}$ la direction de maclage, les différents types de maclage sont définis par :

- une réflexion dans le plan de macle K_1 ou une rotation de 180° autour de la normale à K_1, pour les macles de type I.

- une rotation de 180° autour de la direction de cisaillement $\overrightarrow{\eta_1}$ pour les macles de type II.

Pour les structures simples et compactes, dont fait partie la structure CFC, les systèmes de maclage ont les caractéristiques des systèmes de type I et de type II. Ces systèmes sont dénommés « *Systèmes composés* ».

4.4.2.5. Vérification du variant effectivement activé

Pour vérifier si ce variant est bien celui activé expérimentalement tel qu'observé sur la cartographie EBSD (**Figure 4.7**), deux correspondances sont analysées :

- Tout d'abord, l'angle formé sur la projection stéréographique entre la trace du plan de macle du variant activé et l'axe **X** doit être le même que celui formé par la macle observée sur la cartographie EBSD avec le même axe $\mathbf{X}_{\text{EBSD}}$. Cette correspondance n'est possible que si les deux axes **X** mentionnés sont les mêmes, ce qui est garanti par les paramètres de construction de la projection stéréographique du grain. Dans l'exemple présenté ici, ces deux angles sont proches, valant respectivement 15°±2° et 20°±5°.

- Ensuite, il faut une correspondance entre la projection stéréographique de la macle (**Figure 4.8 b)**) et l'orientation réelle de la macle qui est obtenue par extrait des figures de pôles de l'analyse EBSD (**Figure 4.9**). Dans le cas présenté ici, les positions des pôles de la famille {100} issus de la projection stéréographique de la macle (**Figure 4.8 b)**) et celles issues de l'analyse EBSD (**Figure 4.9**) concordent bien.

La correspondance de ces deux facteurs montre que le variant désigné en **4.4.2.4** est bien celui activé expérimentalement. Dans le cas présent, il s'agit bien du variant ***M01***.

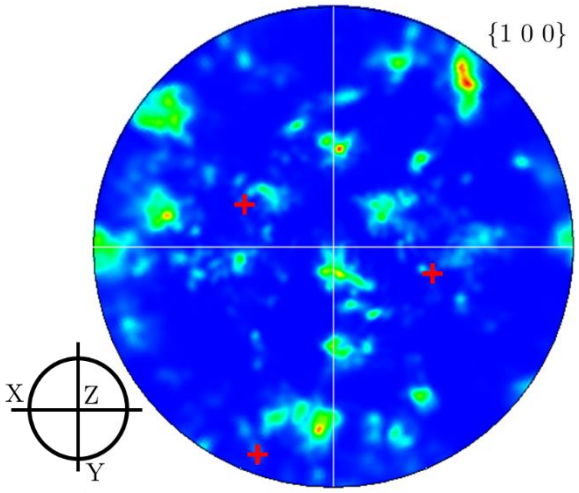


Figure 4.9 - Figure de pôles {100} de la macle d'après l'analyse EBSD ; les croix en rouges représentent les positions de pôles de la macle du grain (A) de la **Figure 4.7**.

Le protocole présenté dans cette sous-section permet de définir de manière fiable le variant de maclage activé. En réalité, les deux vérifications mentionnées permettent de vérifier plutôt que le plan de macle corresponde bien. La distinction entre les trois variants ayant un plan de macle commun est faite par les valeurs de facteurs de Schmid car l'un des trois est systématiquement beaucoup plus

favorable au maclage que les deux autres. Dans l'exemple présenté, ***M02*** et ***M03*** sont mêmes défavorables au maclage, que ce soit en traction, compression ou laminage.

4.4.3. Sélection de variant de maclage activé lors du laminage du 316L L-PBF

Pour chacune des analyses EBSD exposées en **4.3**, environ 15 à 20 grains sont analysés afin de déterminer les critères sur les valeurs de facteurs de Schmid pour l'activation des variants de maclage, l'objectif étant de délimiter les valeurs de m_{RD}, m_{ND} et m_{eff} pour lesquelles le maclage est activé lors d'une sollicitation macroscopique du matériau par laminage à froid.

4.4.3.1. Analyse complète de la cartographie de l'échantillon SSV_L10

L'analyse du variant de maclage activé pour le grain (A) montre un cas « idéal » pour lequel les trois facteurs de Schmid calculés sont favorables car supérieurs à 0,40 en valeur absolue. L'analyse des grains (B), (C) et (D) en **Figure 4.7** représente certaines configurations intéressantes pour cette étude, qui sont observables dans d'autres grains de la cartographie. Le **Tableau 4.9** présente les valeurs de facteurs de Schmid des variants susceptibles d'être activés pour ces grains. Seuls les variants ayant un de ces facteurs de Schmid $m_{RD} \geq 0{,}35$, $m_{ND} \leq -0{,}35$ ou $m_{eff} \geq 0{,}25$ sont retenus.

Dans le grain (B), le variant ***M10*** est expérimentalement observé et activé. Pourtant, sa valeur de $m_{eff} = 0{,}29$ n'est pas la plus élevée de l'ensemble des variants car le variant ***M05*** présente un m_{eff} valant 0,34. En revanche, m_{ND} est plus faible en valeur absolue pour les variants ***M02***, ***M05*** et ***M09*** comparé au variant ***M10***. Par voie de conséquence, le variant de maclage activé n'est pas nécessairement celui ayant la plus haute valeur de Schmid effectif tel que défini en **1.4.1.1.4** car la valeur du facteur de Schmid en compression semble avoir un rôle prépondérant.

Variants	m_{RD}	m_{ND}	m_{eff}
Grain (B) - Maclé			
M02	0,39	0,07	0,16
M05	0,32	-0,37	0,34
M09	0,17	-0,37	0,27
M10	0,17	-0,41	0,29
Grain (C) – Non maclé			
M02	0,46	0,00	0,23
M07	0,48	0,00	0,24
Grain (D) – Non maclé			
M02	0,50	-0,14	0,32
M07	0,37	-0,23	0,30

Tableau 4.9 - Valeurs de facteurs de Schmid pour les variants considérés des grains (B), (C) et (D) ainsi que l'état de maclage des grains.

Ces observations sont confirmées par l'analyse des grains (C) et (D) qui ne présentent aucune macle. En effet, malgré des valeurs de facteurs de Schmid en traction très favorables au-dessus de 0,45 pour les variants ***M02*** et ***M07*** dans le grain (C), aucun variant n'est activé. Donc, un facteur de Schmid très favorable en traction n'est pas un critère suffisant pour prédire si un variant de maclage peut être activé lors d'un laminage à 10%. Le grain (D) présente quant à lui deux variants de maclage présentant des valeurs de m_{eff} supérieures à la valeur de ***M10*** du grain (B). Pourtant, ce variant ***M10*** est activé dans le grain (B) alors que le grain (D) ne présente aucun signe de maclage mécanique. Cette différence de comportement peut être expliquée par le fait que les valeurs supérieures de m_{eff} dans le grain (D) sont essentiellement portées par des valeurs favorables de facteurs de Schmid en traction plutôt qu'en compression.

Donc, pour une déformation en laminage à froid à un taux de laminage de 10%, la composante de compression semble prépondérante dans l'activation des variants de maclage. Ainsi, une grande valeur de m_{eff} combinée à une valeur élevée du facteur de Schmid en compression permet de prédire le variant de maclage activé, alors qu'un grain présentant une grande valeur de m_{eff} combinée à une faible valeur du facteur de Schmid en compression ne maclera pas, même si la valeur du facteur de Schmid en traction est maximale.

4.4.3.2. Conditions de maclage pour un acier 316L L-LPBF laminé à froid à 10%

Cette analyse a été effectuée de manière systématique sur tous les échantillons bruts laminés à 10% présentés dans ce manuscrit en **Annexe 6.1**. Les observations effectuées sur l'échantillon **SSV_L10** se retrouvent dans les autres microstructures laminées à froid à 10%, ce qui confirme bien que la composante de compression en laminage est plus importante que sa composante en traction. Par ailleurs, les observations restent similaires et ne dépendent pas de la microstructure analysée, ni de la direction de laminage. Seule l'orientation cristallographique des grains détermine leur capacité à macler.

L'analyse de l'ensemble des cartographies permet d'établir certains critères généraux concernant les facteurs de Schmid pour l'activation des variants de maclage après 10% de laminage.

L'étude des valeurs des facteurs de Schmid pour des cas limites (**Tableau 4.10**) montre que des variants non activés possèdent des valeurs de m_{eff} supérieures à celles des variants activés. En effet, les variants *1* et *8* ne sont pas activés avec des m_{eff} valant respectivement 0,38 et 0,37 alors que les variants *13* et *14* le sont avec des m_{eff} valant respectivement 0,33 et 0,34. Donc, le facteur de Schmid effectif, introduit par Luo et al. [177] pour prendre en compte la bi-axialité de la déformation par laminage, ne se suffit pas à lui-même pour déterminer de manière fiable le variant activé dans les cas tangents. La cause principale de cette incohérence réside dans les contributions des facteurs de Schmid en traction et en compression dans la valeur de m_{eff}. Comme exposé pour le grain (D) de la microstructure présentée en **4.4.2**, les hautes valeurs de m_{eff} des variants *1* et *8* sont principalement portées par leur facteur de Schmid en traction, au dessus de 0,45, alors que leur facteur de Schmid en compression reste contenu autour de -0,30. L'opposé est observé pour les variants *13* et *14*, m_{eff} étant principalement porté par m_{ND}. Ainsi, la valeur du facteur de Schmid en traction est bien moins

importante que la valeur du facteur de Schmid en compression pour déterminer l'activation d'un variant de maclage.

Une première approximation conduirait à ne considérer que la valeur du facteur de Schmid en compression pour juger de l'activation ou non d'un variant de maclage, et ainsi considérer comme négligeable l'influence de la composante de sollicitation en traction lors du laminage à froid. Un premier critère grossier fixerait alors une valeur de m_{ND} à -0,32 comme minimum pour l'activation du variant. Néanmoins, la valeur du facteur de Schmid en traction pourrait expliquer le fait que le variant *19* soit activé alors que le variant *9* ne l'est pas. En effet, ces deux variants ont des m_{ND} similaires autour de -0,32 mais le variant *19* présente une valeur de m_{RD} de 0,21, supérieure à celle du variant *9* à 0,13. Ainsi, la valeur du facteur de Schmid en traction m_{ND}, quoiqu'ayant une importance faible voire très faible dans l'activation du variant considéré, n'est pas à négliger totalement car la sollicitation en traction donne en quelque sorte un léger « coup de pouce » supplémentaire, qui deviendrait alors décisif pour les variants à la limite de l'activation.

		m_{RD}	m_{ND}	m_{eff}	m_{eff_corr}
NON ACTIF	*1*	0,47	-0,30	0,38	0,31
	2	0,41	-0,17	0,29	0,19
	3	0,30	-0,29	0,30	0,29
	4	0,50	-0,14	0,32	0,17
	5	0,37	-0,23	0,30	0,24
	6	0,41	-0,20	0,30	0,22
	7	0,49	0,00	0,25	0,04
	8	0,41	-0,33	0,37	0,34
	9	0,13	-0,33	0,23	0,31
	10	0,50	-0,05	0,27	0,08
	11	0,39	-0,3	0,34	0,30
ACTIF	*12*	0,29	-0,41	0,35	0,40
	13	0,28	-0,38	0,33	0,37
	14	0,24	-0,44	0,34	0,43
	15	0,43	-0,35	0,39	0,36
	16	0,39	-0,35	0,37	0,35
	17	0,38	-0,39	0,38	0,39
	18	0,25	-0,27	0,26	0,27
	19	0,21	-0.32	0,26	0,31

Tableau 4.10 – Valeurs de facteurs de Schmid dans les cas limites d'activation du maclage mécanique avec l'introduction de m_{eff_corr} pour lequel A=0,15 et B=1,85.

De fait, ces observations conduisent plutôt à définir une condition double portant à la fois sur m_{ND} et sur m_{eff}, m_{RD} étant implicite dans la définition de m_{eff}, pour prédire dans la grande majorité des cas limites l'activation du variant de maclage : $m_{ND} \leq$ -0,32 et $m_{eff} \geq$ 0,25. Ce double-critère n'est

pas respecté par les seuls variants *8* et *18*. Cette activation peut être expliquée par des effets locaux comme discuté en **4.4.3.3**.

Même si ce double-critère est satisfaisant pour la très grande majorité des cas tangents présentés dans le **Tableau 4.10**, il reste toujours intéressant de définir un facteur de Schmid effectif en laminage à froid, capable de rendre compte à lui seul de la potentielle activation d'un variant de maclage. Un facteur de Schmid effectif corrigé m_{eff_corr} proposé dans ce manuscrit s'inspire des travaux de Luo et al. [177] et de l'expression de m_{eff} en équation **(4)**. Deux coefficients, Ψ_{RD} et Ψ_{ND}, sont introduits afin de rendre compte du fort déséquilibre en importance observé entre la composante en compression et la composante en traction dans l'activation des variants de maclage :

$$m_{eff_corr} = \frac{1}{2}[\Psi_{RD}.\cos\varphi_{RD}\cos\lambda_{RD} - \Psi_{ND}.\cos\varphi_{ND}\cos\lambda_{ND}] \quad \textbf{(15)}$$

À partir des données du **Tableau 4.10**, les valeurs de Ψ_{RD} et Ψ_{ND} ont pu être approximées afin de répondre aux critères favorables des facteurs de Schmid et surtout de maintenir au mieux la hiérarchie de m_{eff_corr} entre les variants activés et non-activés. Ici, pour $\Psi_{RD} = 0{,}15$ et $\Psi_{ND} = 1{,}85$, ces deux conditions sont en majorité remplies. Par exemple, le variant *1* non activé a bien un m_{eff_corr} inférieur à celui-du variant *13* activé. Ces paramètres permettent également de rendre compte de la non-activation des variants *7* et *10*, pour lesquels seul le facteur de Schmid en traction est favorable, par des valeurs de m_{eff_corr} inférieurs à 0,1.

Dès lors, en tenant compte de ces valeurs pour les coefficients Ψ_{RD} et Ψ_{ND}, le laminage à froid, ici étudié à un taux de 10%, peut alors être considéré du point de vue du maclage mécanique à travers le modèle utilisé comme une contrainte bi-axiale à deux composantes : environ 7,5% de traction dans la direction de laminage et environ 92,5% de compression dans l'axe des rouleaux de laminage. Les valeurs numériques de cette répartition ne sont pour autant pas à prendre pour des valeurs absolues et définitives mais elles permettent d'illustrer de manière claire la très grande prépondérance de la sollicitation en compression dans l'activation du maclage lors du laminage à froid.

Cette étude permet également de déterminer un m_{eff_corr} minimal au-delà duquel le variant de maclage est activé pour un taux de laminage à froid de 10% : $m_{eff_corr(lim)} \approx 0{,}31 \pm 0{,}01$. Cette valeur limite est justifiée par le fait que les variants *1*, *9* et *19* possèdent la même valeur de m_{eff_corr} mais que le dernier seulement est activé. Ainsi, pour un taux de laminage de 10%, l'activation du variant de maclage pour cette valeur de facteur de Schmid corrigé n'est pas assurée et des paramètres locaux peuvent alors entrer en jeu pour favoriser ou non cette activation.

De l'ensemble des variants présentés au **Tableau 4.10**, seuls les variants *8* et *18* restent hors critère. Des effets locaux au voisinnage des grains concernés peuvent expliquer cet effet comme discuté dans la sous-section suivante.

Dans tous les cas, la prise en compte des directions de sollicitation macroscopiques comme directions de sollicitation à l'échelle du grain donne des résultats cohérents vis-à-vis des valeurs de facteurs de Schmid en maclage pour les variants activés dans l'écrasante majorité des cas. Cette approximation semble donc justifiée pour l'analyse de microstructures laminées à 10%.

4.4.3.3. Limites de l'approche : compétition glissement/maclage et difficultés de passage à l'échelle macroscopique

Tout d'abord, malgré la correction de l'expression du facteur de Schmid effectif par rapport à celui proposé par Luo et al. [177], certains variants, qui restent minoritaires dans les microstructures laminées à 10%, ne respectent pas le critère exposé dans la sous-section précédente. En effet, comme mentionné en **Tableau 4.11**, ces deux grains non maclés présentent des valeurs de facteurs de Schmid en maclage tout-à-fait compatibles avec le critère énoncé précédemment. Néanmoins, les valeurs de m_{eff_corr} en maclage sont inférieures à ceux en glissement.

Ces observations, valables sur de nombreux grains non maclés mais présentant des facteurs de Schmid favorables en maclage, tendent à montrer deux points importants :

- Le glissement peut entrer en compétition avec le maclage. Pour un taux de laminage de 10%, la présence d'un variant de glissement plus favorable qu'un variant de maclage inhibe dès lors le maclage du grain considéré.
- La notion de facteur de Schmid effectif et sa correction dans la sous-section **4.4.3.2** sont assez robustes pour justifier la non-activation observée pour un taux de laminage appliqué de 10%.

		m_{RD}	m_{ND}	m_{eff_corr}
Grain 1 *Variant 8*	*G*	0,33	0,47	0,46
	M	0,41	-0,33	0,34
Grain 2	*G*	0,40	0,49	0,48
	M	0,49	-0,42	0,42

G et M désignent respectivement Glissement et Maclage. Le grain 1 contient le variant 8 présenté dans le **Tableau 4.10**.

Tableau 4.11 - Variants présentant les maxima de facteurs de Schmid en maclage et en glissement pour deux grains non maclés.

Ensuite le **Tableau 4.10** présente également un autre type de variant ne respectant pas le critère énoncé précédemment. En effet, le variant *18* est activé alors que ces valeurs sont inférieures en tout point à celles du variant *8* : m_{RD} = 0,25 ; m_{ND} = -0,27 ; m_{eff_corr} = 0,27. Ces grains, très minoritaires dans les microstructures 316L L-PBF laminées à 10%, sont plus fréquents sur les microstructures laminées à 20%. En effet, si la grande majorité des grains maclés sur ces microstructures a des facteurs de Schmid en maclage favorables avec un m_{eff_corr} de l'ordre de 0,30, certains grains peuvent macler tout en présentant les valeurs de facteurs de Schmid en maclage encore plus faibles. Par exemple, dans le cas des grains (A), (B), (C) et (D) mentionnés en **Figure 4.10**, les valeurs de facteurs de Schmid du variant maclé sont en moyenne de m_{RD} = 0,07 ; m_{ND} = -0,17 ; m_{eff_corr} = 0,16. À cela s'ajoute que le variant activé n'est pas forcément celui présentant les plus hautes valeurs pour ces grains. En effet, le variant théoriquement le plus favorable qui aurait dû être activé dans ces grains présente ces valeurs : m_{RD} = 0,14 ; m_{ND} = -0,25 ; m_{eff_corr} = 0,24.

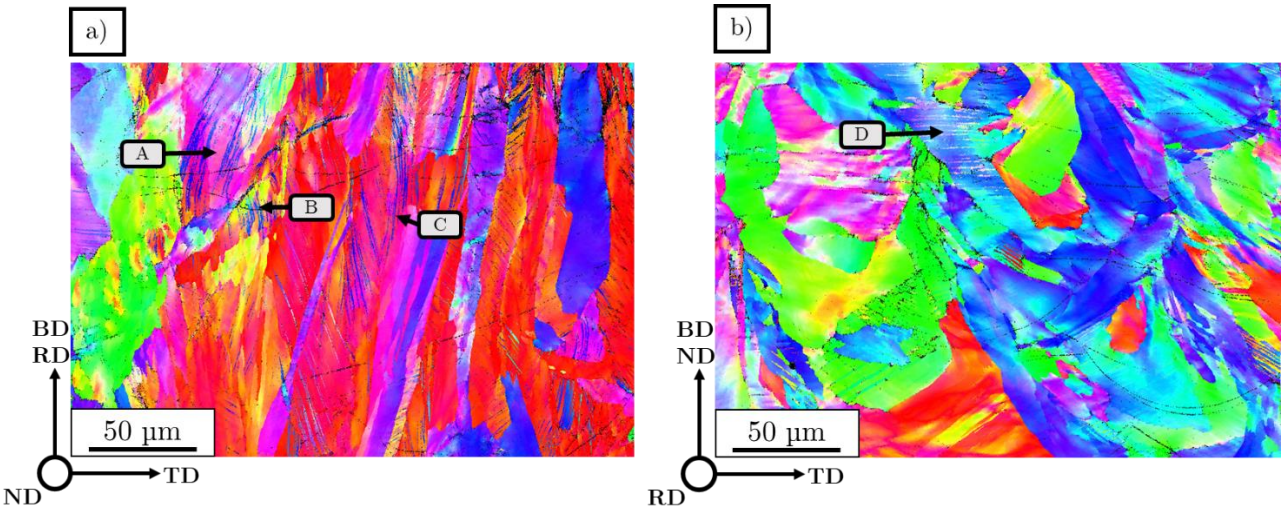


Figure 4.10 - **a)** Cartographie IPF selon X=TD (IPF-X) de la section transverse (BD x TD) de l'échantillon **SSV_L20**.
b) Cartographie IPF selon Z=RD (IPF-Z) de la section transverse (RD x TD) de l'échantillon **SSH_L20**.

Les cartographies IPF présentées en **Figure 4.10** montrent que les microstructures laminées à 20% sont assez déformées et comportent d'importantes désorientations induites à l'intérieur des grains. Dès lors, l'hypothèse initiale forte d'avoir considéré que l'orientation des sollicitations au niveau du grain étudié est la même que celle que subit le matériau à l'échelle macroscopique, semble être moins justifiée à des niveaux de déformations plus élevés. Dans ce cas, une explication plausible des observations faites sur la **Figure 4.10** serait que les directions de sollicitation au niveau du grain ne sont pas les mêmes que les directions de sollicitation macroscopiques, ce qui montre une limite de l'extrapolation à l'échelle macroscopique des calculs de facteurs de Schmid effectués ici au niveau du grain.

4.4.4. Discussion sur le maclage des aciers 316L L-PBF lors du laminage à froid

D'après l'étude menée ici, les microstructures des ébauches SLM laminées dans la configuration ***(V)*** présentent des taux surfaciques de grains maclés supérieurs à celles d'ébauches de configuration *(H)*. Comme démontré dans le paragraphe **4.4.3.2**, le laminage à froid se décompose en une forte composante en compression selon *ND* et une composante plus faible en traction selon *RD*. Les variants de maclage activés ont de préférence des facteurs de Schmid en traction et en compression favorables. Or, une direction de traction colinéaire à *BD* est favorable au maclage dans les matériaux ayant une forte texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD*, comme l'acier SLM (cf. **3.5**).

La configuration ***(V)*** est le cas d'un laminage à froid avec $RD \parallel BD$. Malgré une composante en traction plus faible selon *RD*, le laminage à froid dans cette configuration active bien les grains ayant leur axe $\langle 110 \rangle$ selon *BD*, d'où le taux surfacique de grains maclés supérieur. Dans le cas de la configuration ***(H)***, l'axe de compression *ND* est colinéaire à *BD*, ce qui n'est pas particulièrement favorable au maclage mécanique.

Les microstructures Praxair n'exhibant aucune texture préférentielle forte, il semble attendu que les taux surfaciques de grains maclés restent égaux entre les deux configurations de laminage.

Cette étude montre bien que le laminage à froid est bien une sollicitation pouvant être modélisée en deux sollicitations distinctes en compression et en traction, avec une composante en compression fortement dominante. Elle démontre également l'importance encore une fois de la texture cristallographique dans l'activation du maclage, qui peut avoir un impact sur la facilité de mise en forme du matériau. En prenant en compte les résultats de 3.5.1, deux conditions seraient favorables au laminage à froid d'une ébauche :

- Le matériau possède une forte texture ⟨100⟩ dans l'axe de compression *ND*.
- Le matériau possède une forte texture ⟨110⟩ dans l'axe de traction *RD*.

Ces deux conditions favorables au maclage ont pu être observées expérimentalement par exemple sur l'échantillon **TSV_L10** dans lequel les grains possédant une de ces deux ou les deux conditions sont maclés. La **Figure 4.11** présente en guise d'illustration les cartographies IPF selon **Y**=*BD*∥*RD* et selon **Z**=*ND* pour cet échantillon. La figure de contraste de bandes est incorporée en transparence pour montrer les macles mécaniques. Les grains qui ont maclés au cours du laminage à froid sont ceux en vert sur l'IPF-Y et en rouge sur l'IPF-Z. Ces grains ont leur direction ⟨110⟩ selon la direction de laminage *RD* qui est la direction de traction, et leur direction ⟨100⟩ selon la direction normale *ND* qui est la direction de compression de la sollicitation par laminage à froid.

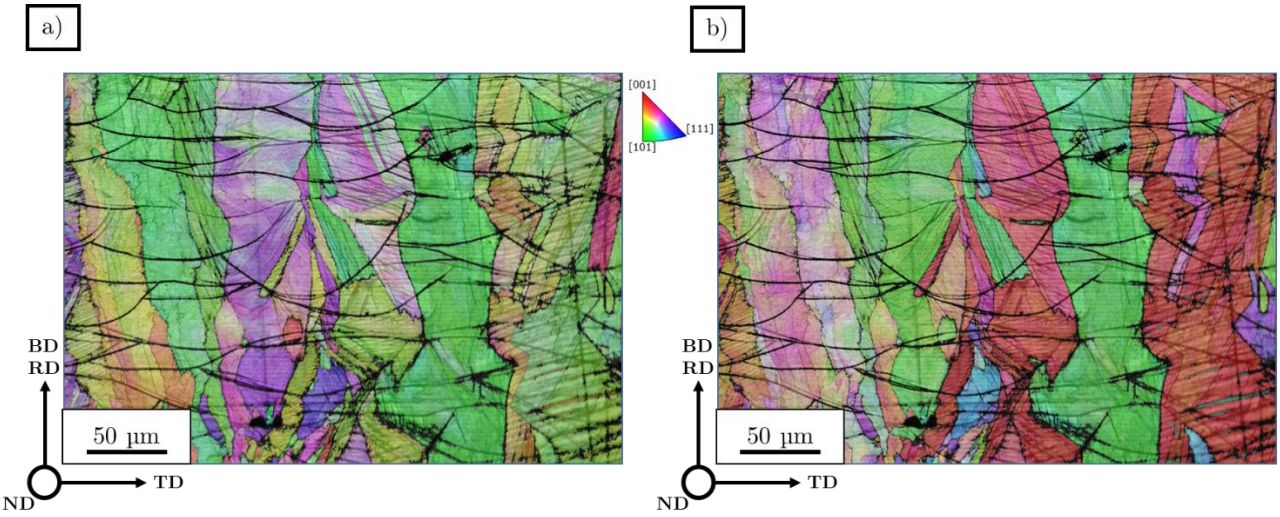


Figure 4.11 - **a)** Cartographie IPF nettoyée selon Y=BD∥RD (IPF-Y) de la section transverse (BD x TD) et figure de contraste de bandes en transparence de l'échantillon **TSV_L10**.
b) Cartographie IPF nettoyée selon Z=ND (IPF-Z) de la section transverse (BD x TD) et figure de contraste de bandes en transparence de l'échantillon **TSV_L10**.

De fait, la possibilité offerte par le procédé L-PBF de produire des pièces denses ayant une forte texture contrôlable à souhait comme démontré par Wang et al. [162] peut s'avérer intéressante pour créer des ébauches ayant des textures favorables au laminage à froid, mais aussi à d'autres procédés de mise en forme à froid, comme cela est déjà le cas dans la mise en forme des nuances conventionnelles, pour l'emboutissage notamment [218].

4.5. Effet du laminage à froid sur les propriétés mécaniques

4.5.1. Micro-dureté et module de Young

Comme dans les analyses présentées en **3.4.2**, la micro-dureté HV_{10} a été mesurée sur les ébauches dans le plan **BD**x**TD**, à différentes positions dans l'épaisseur des largets.

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	228 ± 2		204 ± 2	
$\boldsymbol{\varepsilon = 10\%}$	263 ± 3	258 ± 3	253 ± 2	233 ± 5
$\boldsymbol{\varepsilon = 20\%}$	313 ± 3	295 ± 4	304 ± 2	282 ± 2

Tableau 4.12 – Micro-dureté HV_{10} mesurée pour les aciers SLM et Praxair laminés dans les configurations étudiées.

Tout d'abord, la micro-dureté augmente avec le taux de réduction d'épaisseur, ce qui est attendu. La différence initiale de dureté entre les deux aciers dans leur état brut de fabrication s'élève à 20 HV_{10} environ. Cette différence est toujours observée pour les configurations de laminage étudiées, quoiqu'atténuée entre 10 et 15 HV_{10}.

Les configurations de laminage ***(V)*** ont systématiquement des micro-duretés supérieures d'une dizaine d'HV_{10} par rapport aux configurations de laminage ***(H)*** correspondantes. Cette différence peut être due en partie au plan d'analyse qui diffère entre ces deux configurations : **RD**x**TD** et **ND**x**TD** respectivement pour les deux configurations. Pour l'échantillon **SPH_L20**, la micro-dureté entre ces deux plans diffère de 8 HV_{10} en moyenne sur 15 mesures. Cette différence vient par conséquent nuancer une conclusion portant sur l'influence de la direction de laminage sur la micro-dureté finale de l'acier laminé.

Ces résultats peuvent par ailleurs être comparés aux mesures exposées par Eskandari et al. [173] sur le laminage à froid d'un acier 316L conventionnel. La **Figure 4.12** permet de comparer ces différents résultats.

De fait, si la micro-dureté des aciers 316L L-PBF bruts de fabrication est plus élevée en moyenne que celle de l'acier 316L conventionnel, cet écart n'est pas conservé suite au laminage à froid. En effet, les valeurs de micro-dureté pour les aciers laminés sont similaires entre les 316L conventionnel et L-PBF. Ce « rattrapage » de micro-dureté par l'acier 316L conventionnel est certainement à mettre au crédit d'une meilleure capacité d'écrouissage de ce matériau par rapport à l'acier 316L consolidé par le procédé L-PBF.

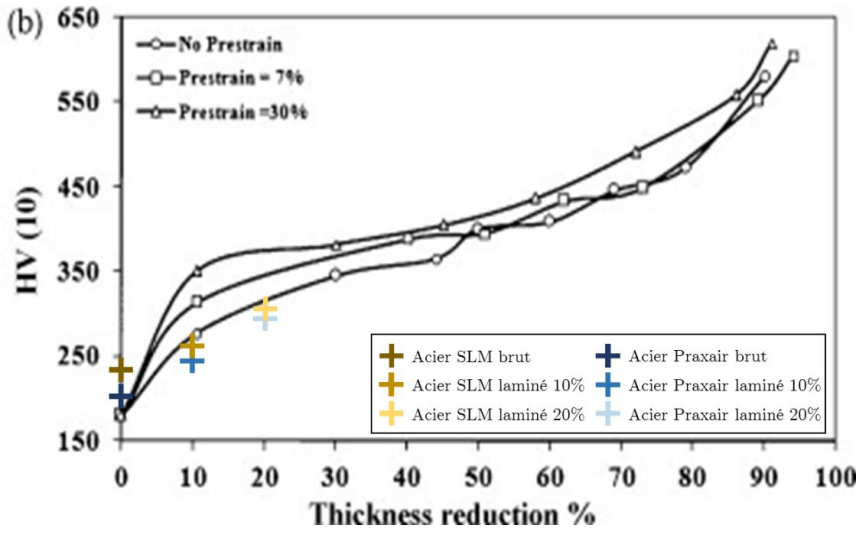


Figure 4.12 - Comparaison entre les valeurs de micro-dureté HV_{10} mesurées par Eskandari et al. [173] pour l'acier 316L conventionnel laminé et les valeurs mesurées dans cette thèse pour l'acier 316L L-PBF.

Les modules de Young et les coefficients de Poisson ont également été mesurés pour toutes les configurations étudiées :

- Les coefficients de Poisson restent inchangés par rapport à ceux des aciers bruts de consolidation en tenant compte des intervalles d'incertitude du dispositif RFDA.
- Les valeurs des modules de Young diminuent de 25 GPa pour atteindre 170 GPa en moyenne entre l'état brut et l'état laminé à 10% des aciers SLM et Praxair. En prenant compte des intervalles d'incertitude, les modules de Young restent stables entre 10 et 20% de laminage. L'anisotropie observée sur le matériau brut s'estompe dès 10% de laminage avec une différence entre les deux configurations de moins de 2 GPa pour une marge d'erreur minimale de ±2 GPa.

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	198 ± 10	182 ± 2	199 ± 8	189 ± 2
$\boldsymbol{\varepsilon = 10\%}$	169 ± 6	168 ± 15	175 ± 2	177 ± 4
$\boldsymbol{\varepsilon = 20\%}$	176 ± 10	178 ± 3	182 ± 7	*159 ± 41*

*La grande incertitude pour l'échantillon **SPH_L20** vient d'une variation d'épaisseur de l'éprouvette RFDA de 120 µm.*

Tableau 4.13 – Module de Young (GPa) mesuré pour les aciers SLM et Praxair laminés dans les configurations étudiées.

4.5.2. Essais de traction uni-axiale

L'équivalence des directions pour les éprouvettes de type ***P*** des ébauches brutes, qui ont permis de réduire les quatre directions à seulement deux, ne tient plus, du fait de l'ajout d'une sollicitation anisotrope qui casse la symétrie cylindrique par rapport à la direction de construction *BD*.

4.5.2.1. Éprouvettes cylindriques – Direction de traction selon *RD*

24 essais au total, soit 3 par configuration ont été effectués sur les éprouvettes cylindriques dans les conditions mentionnées en **2.3.4.3**. Le **Tableau 4.14** présente les valeurs de la limite d'élasticité $R_{p0,2}$, de la contrainte maximale R_m, de l'allongement à rupture $A_{Rupture}$ et du pourcentage d'anisotropie entre les deux directions testées : $RD \parallel BD$ et $RD \perp BD$.

Aciers	**$R_{p0,2}$ (MPa)**		**R_m (MPa)**		**$A_{Rupture}$ (%)**	
Direction de traction selon RD	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)	(∥BD)	(⊥BD)
SLM	534 ± 2	591 ± 3	598 ± 1	691 ± 2	50 ± 9	39 ± 1
	11%		16%		41%	
SLM laminé 10%	787 ± 16	784 ± 8	809 ± 5	800 ± 6	24 ± 7	16 ± 5
	< 1%		1%		50%	
SLM laminé 20%	868 ± 21	824 ± 38	951 ± 14	904 ± 9	12 ± 2	25 ± 3
	5%		5%		108%	
Praxair	446 ± 2	466 ± 2	599 ± 1	633 ± 2	60 ± 1	52 ± 2
	4%		6%		13%	
Praxair laminé 10%	736 ± 7	738 ± 12	746 ± 8	760 ± 7	16 ± 2	22 ± 1
	< 1%		2%		38%	
Praxair laminé 20%	806 ± 1	809 ± 18	852 ± 6	885 ± 9	17 ± 4	23 ± 1
	< 1%		5%		35%	

Tableau 4.14 - Valeurs de $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ d'éprouvettes *C* en acier SLM ou Praxair pour les configurations testées – Direction de traction selon *RD*.

Les matériaux obtenus à partir de 10% de laminage ne respectent plus le code de construction RCC-MRx pour toutes les configurations testées en terme d'allongement à rupture. En effet, $A_{Rupture}$ est inférieur à 25% à partir d'un taux de 10% de réduction d'épaisseur.

À titre de comparaison, Qin et al. [179] mentionnent les propriétés en traction suivantes pour un acier 316L conventionnel laminé à 20% : $R_{p0,2} \approx 700$ MPa, $R_m \approx 780$ MPa et $A_{Rupture} \approx 33\%$; pour un acier initial ayant pour valeurs 380 MPa, 690 MPa et 66%.

De manière générale, l'application d'une déformation par laminage à froid entraîne une augmentation des résistances mécaniques en traction et une diminution importante de l'allongement à rupture qui peuvent atteindre plus 950 MPa et moins de 12% respectivement dans certaines configurations. De même, l'écrouissage de ces matériaux est nul dès 10% de laminage comme illustré en **Figure 4.13** et **Figure 4.14**. La striction apparaît immédiatement après le régime élastique, suivie d'un mode de ruine dans la très grande majorité des cas, sauf pour la configuration **SSV_L10**.

Concernant l'acier Praxair, qui se rapproche le plus dans son état brut de fabrication à l'acier 316L conventionnel mentionné précédemment, sa déformation à froid par laminage entraîne une augmentation importante de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale, qui valent en moyenne 807 MPa et 865 MPa respectivement après 20% de laminage, mais au prix d'un allongement à rupture amputé de moitié, passant de 55% en moyenne pour les deux directions dans l'état brut à moins de 25% dans les états laminés. Ce comportement, visible également pour l'acier SLM, est classique lors

du laminage à froid d'un acier 316L. L'acier Praxair atteint dès 10% de laminage des valeurs de résistance mécanique similaires à celles d'un acier 316L laminé à 20%, à savoir $R_{p0,2}$ = 740 MPa et R_m = 750 MPa, malgré un allongement à rupture réduit d'un tiers, autour de 20%. Ceci souligne encore une fois le caractère précontraint de l'acier Praxair. Cette observation vient toutefois en contradiction avec les mesures de micro-dureté exposées en **4.5.1** qui mentionnaient plutôt un effet de rattrapage des aciers 316L conventionnels lorsqu'ils sont laminés à froid. Cette opposition peut être expliquée par les variabilités des propriétés mécaniques des aciers 316L conventionnels exposés dans la littérature [173,179].

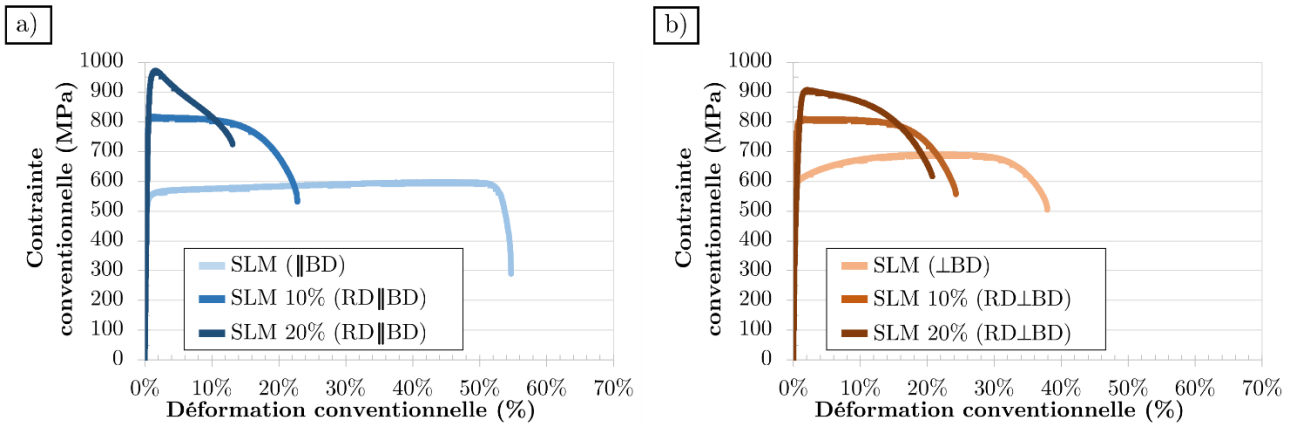


Figure 4.13 - **a)** Courbes de traction conventionnelles pour l'acier SLM brut, laminé à 10% et 20% selon *RD∥BD* – Configurations : **SSV**, **SSV_L10** et **SSV_L20**.
b) Courbes de traction conventionnelles pour l'acier SLM brut, laminé à 10% et 20% selon *RD⊥BD* – Configurations : **SSH**, **SSH_L10** et **SSH_L20**.

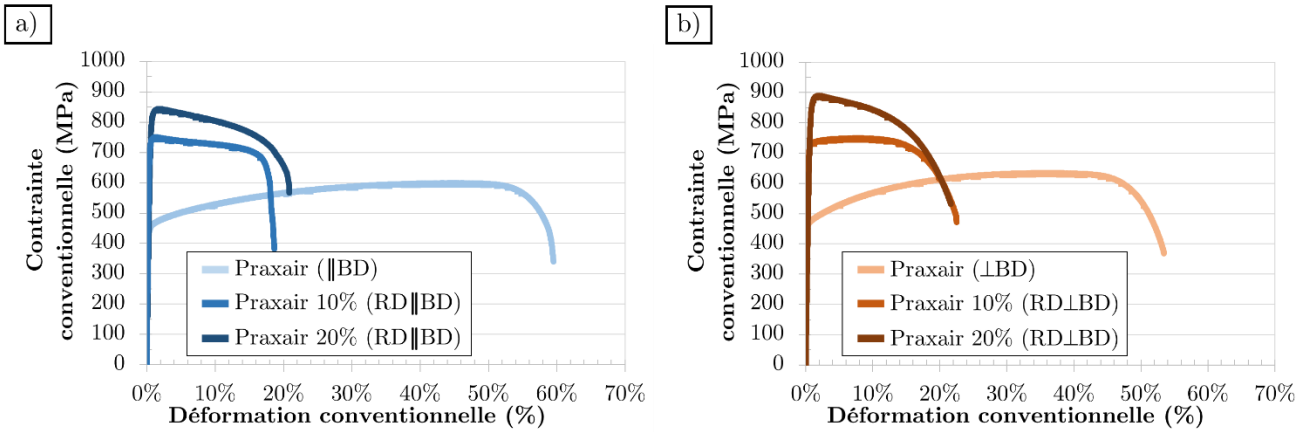


Figure 4.14 - **a)** Courbes de traction conventionnelles pour l'acier Praxair brut, laminé à 10% et 20% selon *RD∥BD* – Configurations : **SPV**, **SPV_L10** et **SPV_L20**.
b) Courbes de traction conventionnelles pour l'acier Praxair brut, laminé à 10% et 20% selon *RD⊥BD* – Configurations : **SPH**, **SPH_L10** et **SPH_L20**.

Le laminage à froid n'induit pas d'apparition d'anisotropie dans les valeurs de résistance en traction entre les deux configurations de laminage, pour cette direction d'essai de traction. Les pourcentages d'anisotropie restent toujours plus faibles pour les matériaux Praxair laminés, autour de 2%, que pour l'acier Praxair brut. L'orientation de la direction de construction *BD* par rapport à la direction de laminage *RD* n'induit donc pas de différence dans les résistances mécaniques en traction

selon *RD* des ébauches laminées. Une différence significative apparaît concernant l'allongement à rupture avec un allongement systématiquement plus de 30% plus faible lorsque *RD*∥*BD*, et ce dès 10% de laminage. Par ailleurs cet allongement n'évolue pas entre 10% et 20% de laminage pour les deux configurations ***(V)*** et ***(H)***.

Les propriétés en traction de l'acier SLM diffèrent de celles de l'acier Praxair. Tout d'abord, l'acier SLM présente des valeurs de limite d'élasticité et de résistance à la traction supérieure à celles de l'acier Praxair pour toutes les configurations de laminage à froid testées ici. La hiérarchie observée pour les aciers bruts de consolidation est maintenue après laminage à froid, malgré la meilleure capacité d'écrouissage de l'acier Praxair démontrée en **3.4.3.1**. Cette observation concorde avec les mesures de micro-dureté exposées en **4.5.1**.

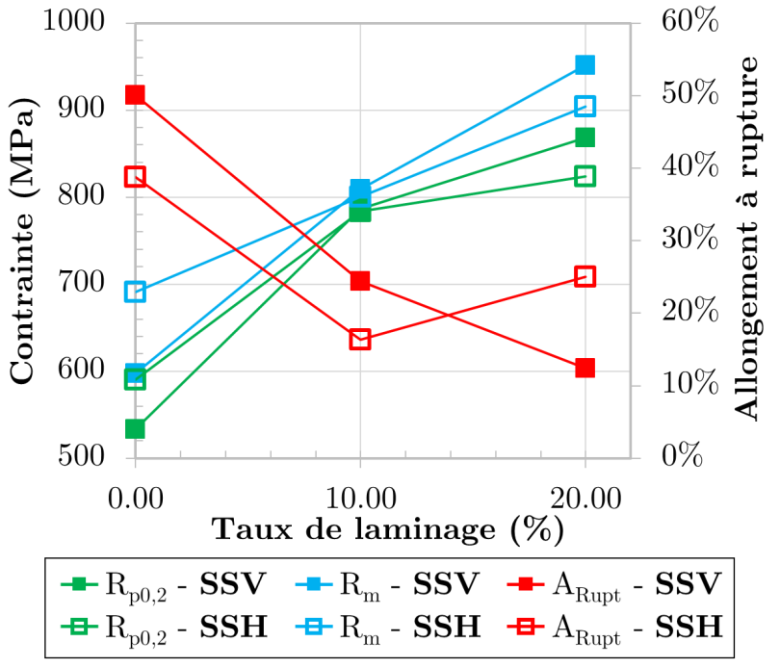


Figure 4.15 - Évolution des $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ pour l'acier SLM en fonction du taux et de l'orientation de laminage.

Concernant l'anisotropie de l'acier SLM, un basculement dans les propriétés en traction est observé autour de 10% de laminage pour toutes les propriétés en traction (cf. **Figure 4.15**) :

- $R_{p0,2}$ et R_m : la limite d'élasticité et la résistance à la traction de l'acier SLM dans l'état brut de fabrication sont plus faibles dans la configuration **SSV** (*BD*∥*RD*) que dans la configuration **SSH** (*BD*⊥*RD*), 534 MPa et 591 MPa contre 598 MPa et 691 MPa respectivement. Comme démontré en **3.5.2**, la direction de traction colinéaire à la direction de consolidation *BD* est favorable au maclage des grains d'orientation ⟨110⟩ selon *BD*, ce qui explique ces valeurs $R_{p0,2}$ et R_m plus faibles dans la configuration **SSV**. Les valeurs de limite d'élasticité et de contrainte maximale sont par contre égales entre les deux configurations **SSV_L10** et **SSH_L10**, avec des valeurs de $R_{p0,2}$ = 785 MPa et R_m = 805 MPa en moyenne. Ces valeurs sont inversées dans les configurations laminées à 20%, avec des valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m supérieures de 40-50 MPa dans la configuration **SSV_L20** par rapport à la configuration **SSH_L20**.

- $\underline{A_{Rupture}}$: cette inversion des valeurs est également visible pour l'allongement à rupture. L'allongement à rupture, qui dans l'état brut était plus élevé dans la configuration **SSV**, est plus faible dans cette configuration après 20% de laminage.

Avant laminage à 10%, les propriétés en traction sont plutôt dictées par les caractéristiques microstructurales des matériaux bruts. Au-delà de ce taux de laminage, les effets du laminage à froid sur les propriétés mécaniques prennent le dessus. L'impact des caractéristiques microstructurales initiales s'estompe.

Pour expliquer ce changement, le raisonnement qui suit se concentre sur la configuration **SSV_L10** avant d'être extrapolé aux autres configurations de laminage de l'acier SLM.

Comme mentionné auparavant, seule la configuration **SSV_L10** montre une zone de déformation plastique avant striction. D'après l'étude menée en **4.4**, le laminage à froid se décompose en une composante de compression selon *ND* et une composante de traction selon *RD*. Dès lors, compte tenu de la texture de l'acier SLM brut de fabrication, une direction de laminage à froid selon *BD* est favorable au maclage en traction selon $RD \parallel BD$. Donc, dans les configurations SSV, le maclage des grains qui participent à la texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD* est activé. Or, dans ces essais de traction, la direction de traction est selon *RD*. Par conséquent, les mêmes systèmes de maclage sont aussi activés par cette sollicitation.

Si le laminage à froid est suffisamment intense pour « consommer le potentiel de maclage » de l'acier selon cette direction, le matériau ne pourra plus macler lors de l'essai de traction selon cette même direction. C'est le cas de la configuration **SSV_L20** qui ne montre pas de régime plastique. Un taux de laminage de 10% ne serait donc pas suffisant pour macler tous les grains d'orientation $\langle 110 \rangle$ selon *BD*. Ce sont les grains non maclés restants qui maclent lors de l'essai de traction et qui sont la cause de ce plateau plastique. Cet effet est notamment illustré en **Figure 4.16** sur les courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage pour ces deux configurations de laminage. Ces courbes sont extraites des essais sur des éprouvettes plates ***P*** exposées en **4.5.2.2** avec une direction de traction selon $BD \parallel RD$ car cet effet est également visible sur cette géométrie d'éprouvette.

Le basculement mentionné précédemment est essentiellement dû à l'épuisement du « potentiel de maclage » du matériau dans cette direction *BD* suite au laminage à froid.

Ce raisonnement explique également en partie pourquoi des grains ayant des facteurs de Schmid en compression et en traction très peu favorables sont maclés sur les microstructures laminées à 20% puisque les grains favorables au maclage ne sont plus disponibles pour emmagasiner les déformations supplémentaires à partir de 10% de laminage.

Ces résultats confirment l'importance de la texture cristallographique pour expliquer le comportement mécanique en traction des aciers 316L L-PBF « classiques » avec texture dominante.

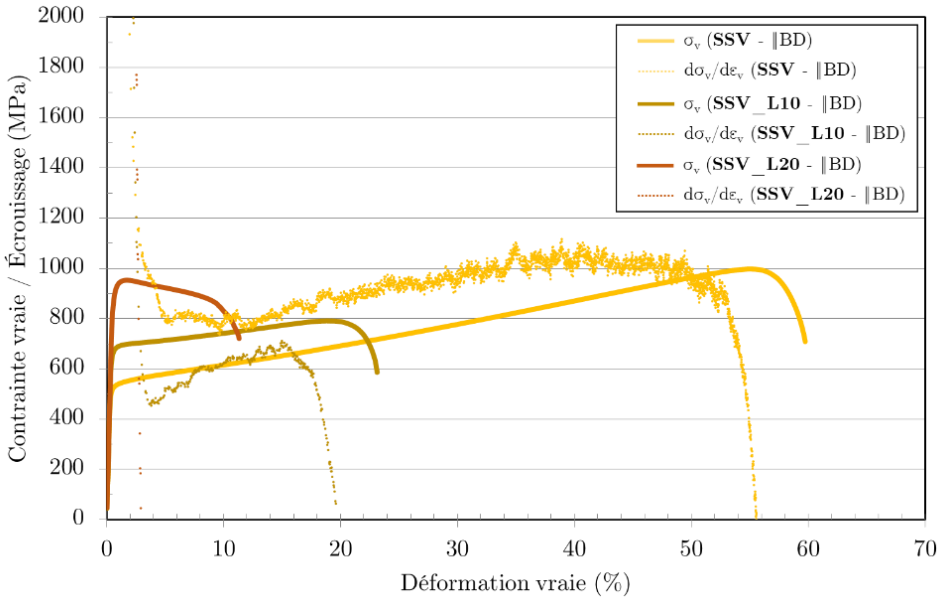


Figure 4.16 - Courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage pour l'acier SLM brut et laminé à 10% et 20% (**SSV** / **SSV_L10** / **SSV_L20**) – Direction de traction *∥BD*.

4.5.2.2. Éprouvettes plates

L'utilisation d'éprouvettes plates est essentiellement justifiée pour pouvoir prélever dans l'épaisseur et la largeur des barreaux laminés et ainsi analyser le comportement en traction du matériau selon quatre directions qui ne sont plus équivalentes du fait du laminage à froid :

- **(V) :** *RD∥BD* et *TD*.
- **(H) :** *ND∥BD* et *TD*.

Ces essais ont été menés sur les ébauches laminées à 10% et à 20%. Pour chacune des configurations d'analyse au nombre de 16, combinant acier étudié (SLM ou Praxair), configuration de laminage (***V*** ou ***H*** à 10% ou 20%) et direction de traction, trois éprouvettes ont été testées.

Comme un changement d'influence a été observé à partir de 10%, la présentation des résultats est séparée en deux par rapport au taux de laminage utilisé.

4.5.2.2.1. Taux de laminage à 20%

Les résultats sont consignés en **Figure 4.17** afin de rendre plus visuelle leur présentation et de rappeler les directions de traction étudiées.

En général, l'allongement à rupture ne dépasse pas 22% dans le meilleur des cas. Donc le laminage à froid à 20%, peu importe la configuration, limite l'allongement à rupture pour toutes les directions de traction étudiées. Par ailleurs, l'acier SLM présente pour toutes les configurations des valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m supérieures à celles de l'acier Praxair, ce qui est cohérent avec les mesures de micro-dureté.

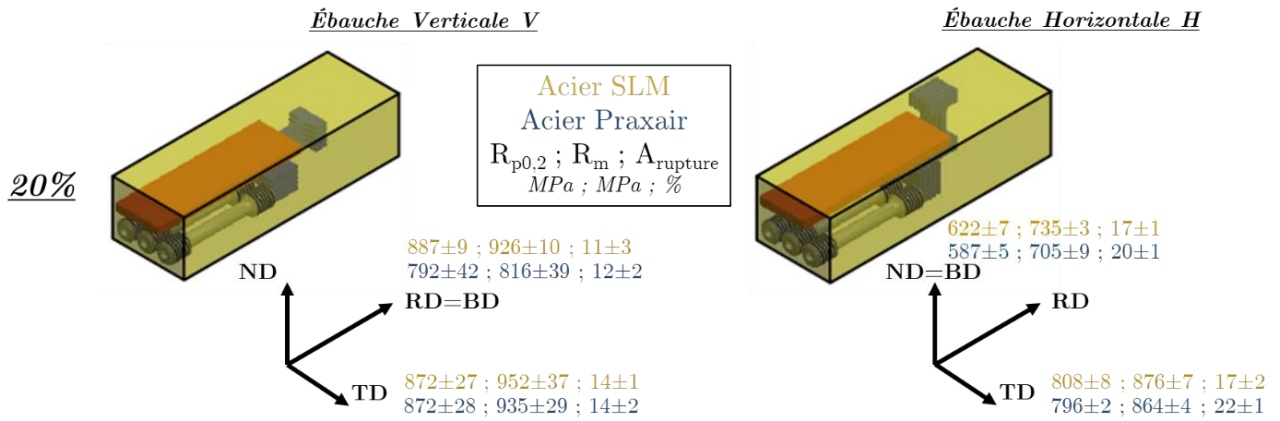


Figure 4.17 - Valeurs de $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ pour les ébauches laminées à 20% selon la direction de traction testée.

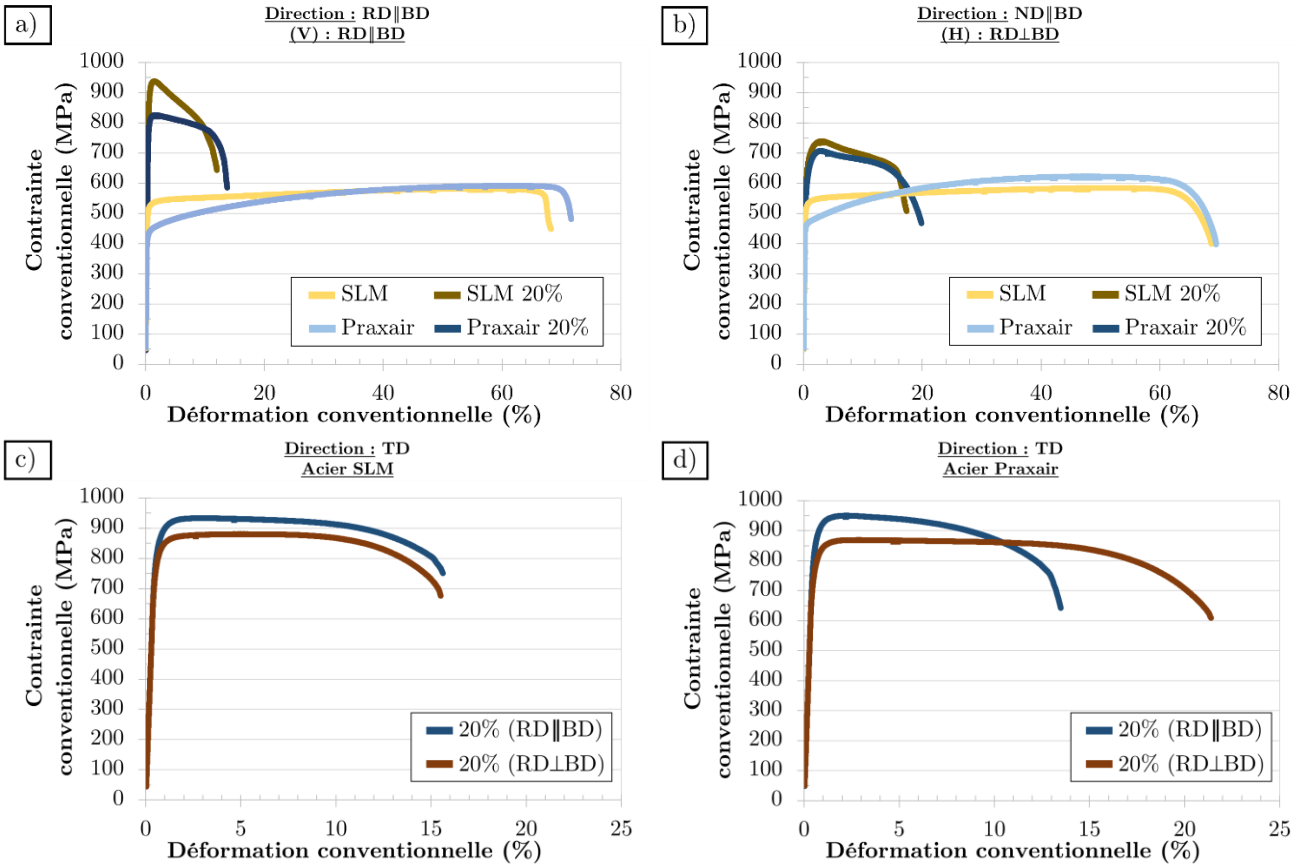


Figure 4.18 - **a)** Courbes de traction conventionnelles selon *RD∥BD* pour les aciers SLM et Praxair bruts et laminés à 20% selon *RD∥BD* – Configurations : **SSV**, **SPV**, **SSV_L20** et **SPV_L20**.
b) Courbes de traction conventionnelles selon *ND∥BD* pour les aciers SLM et Praxair bruts et laminés à 20% selon *RD⊥BD* – Configurations : **SSH**, **SPH**, **SSH_L20** et **SPH_L20**.
c) Courbes de traction conventionnelles selon *TD* pour l'acier SLM laminé 20% selon *RD∥BD* et *RD⊥BD* – Configurations : **SSV_L20** et **SSH_L20**.
d) Courbes de traction conventionnelles selon *TD* pour l'acier Praxair laminé 20% selon *RD∥BD* et *RD⊥BD* – Configurations : **SPV_L20** et **SPH_L20**.

En outre, les allongements à rupture sont systématiquement plus faibles pour la configuration de laminage ***(V)*** pour laquelle la direction de laminage *RD* est colinéaire à la direction de consolidation

BD (cf. **Figure 4.18**). Le faible $A_{Rupture}$ inférieur à 15% pour la direction de traction $RD \parallel BD$ est justifié par le même raisonnement que celui effectué dans la sous-section précédente sur les éprouvettes cylindriques (cf. **4.5.2.1**).

En prenant compte les axes d'anisotropie induits par la consolidation par L-PBF (*BD*) et par le laminage à froid (*RD* et *ND*), la direction *TD* n'est pas affectée par ces sources d'anisotropie. La consolidation par L-PBF n'induit pas d'anisotropie texturale ni granulaire selon cet axe entre les orientations de consolidation ***(V)*** et ***(H)***. Le laminage à froid, qui plus est pour des taux maximaux de 20%, ne provoque qu'une très faible déformation, moins de 0,1%, dans la largeur des ébauches avec un élargissement de moins de 150 µm pour une largeur d'ébauche de 20 mm.

Pourtant, comme exposé dans les **Figure 4.15** et **Figure 4.16 c)**/**d)**, les valeurs de limite d'élasticité et de contrainte maximale sont plus élevées dans la configuration ***(V)*** que dans la configuration ***(H)***, et ce pour les deux aciers SLM et Praxair avec des augmentations respectives de 70 MPa et de 90 MPa en moyenne sur l'ensemble des essais. De plus, ces valeurs sont quasi identiques entre les aciers Praxair et SLM si les marges d'erreur sont prises en compte (cf. **Figure 4.15**). Par ailleurs, l'allongement à rupture pour la configuration ***(V)*** est plus faible que pour la configuration ***(H)***, en particulier pour l'acier Praxair pour lequel $A_{Rupture}$ diminue de $22 \pm 1\%$ à $14 \pm 2\%$ entre les deux configurations de laminage. Comme ces différences n'ont pas été observées sur les ébauches brutes, elles ne sont pas causées par les caractéristiques microstructurales des aciers bruts de consolidation. Elles sont donc bien causées par le laminage à froid de ces ébauches, qui n'induit qu'une très faible déformation selon *TD* comme mentionné précédemment.

La seule explication plausible est alors un effet de la différence d'orientation de prélèvement des éprouvettes plates entre les deux configurations. D'après les plans de prélèvement exposés en **Annexe 6.2**, les éprouvettes sont prélevées dans le plan **TD**x**RD** pour les ébauches verticales alors qu'elles sont prélevées dans le plan **TD**x**ND** pour les éprouvettes horizontales. Par conséquent, du fait du laminage à froid, les sections des deux types d'éprouvettes ne sont pas équivalentes, du fait de l'absence de symétrie de révolution comme cela est le cas pour des éprouvettes cylindriques.

En fait, la largeur des éprouvettes plates prélevées dans les ébauches ***(V)*** est selon *RD* et leur épaisseur selon *ND*. En revanche, la largeur de ces éprouvettes prélevées dans les ébauches ***(H)*** est selon *ND* et leur épaisseur selon *RD*. Le champ de déformation et l'écrouissage induits par le laminage à froid ne sont donc pas équivalents entre les deux orientations de prélèvement. Cette différence peut être à l'origine des valeurs distinctes entre les deux configurations étudiées. Cette explication est en accord également avec le fait que cet effet n'est pas observé sur les ébauches brutes de fabrication.

Dans les deux configurations ***(V)*** et ***(H)***, les ébauches présentent de meilleures propriétés en traction dans la direction transverse *TD* avec des résistances mécaniques et un allongement à rupture plus élevé. De plus, l'analyse des courbes d'écrouissage montre que la striction n'apparaît pas directement après le domaine élastique, ce qui indique la présence d'un petit domaine plastique sur quelques pourcents de déformation vraie, valant 6% sur la **Figure 4.19**.

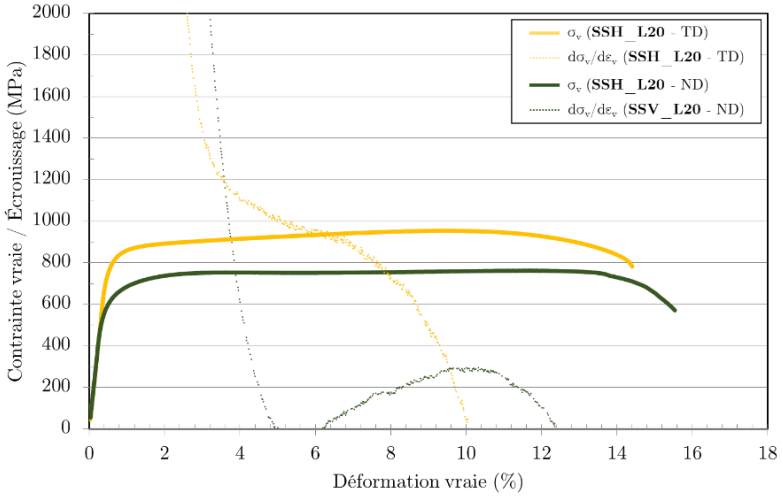


Figure 4.19 - Courbes contrainte/déformation vraies et d'écrouissage pour la configuration **SSH_L20** – Direction de traction TD et ND∥BD.

Enfin, la direction de traction *ND∥BD* pour la configuration **SSH_L20** présente des valeurs de résistance en traction certes plus élevées que les ébauches brutes dans la direction de traction *∥BD*, mais l'écart est plus faible que pour les autres directions de traction (cf. **Figure 4.18**). Le différentiel est en moyenne de 100 à 200 MPa alors qu'il dépasse 300 MPa pour les autres directions de tractions. Cette différence peut être expliquée par le maclage favorisé pour cette direction de traction.

En effet, si l'on se réfère au raisonnement fait sur les éprouvettes cylindriques, le laminage à froid dans la configuration ***(H)*** n'active pas ou peu le maclage des grains ayant une orientation ⟨110⟩ selon *BD*. Par conséquent, lors de l'essai de traction, le maclage de ces grains est possible, ce qui explique les valeurs plus faibles de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction. Le domaine plastique reste très limité avec une striction apparaissant dès 4% de déformation vraie. Une hypothèse avancée est que l'activation du maclage dans d'autres grains ou l'activation d'autres variants de maclage dans les grains peuvent entraver le maclage des grains d'orientation ⟨110⟩ selon *BD* lors de l'essai de traction.

La définition d'une contrainte critique de maclage pour ce taux de laminage n'a pas forcément de sens dans la mesure où le maclage n'est pas activé dans la très grande majorité des configurations.

4.5.2.2.2. Taux de laminage à 10%

Les résultats des essais sont consignés dans la **Figure 4.20**.

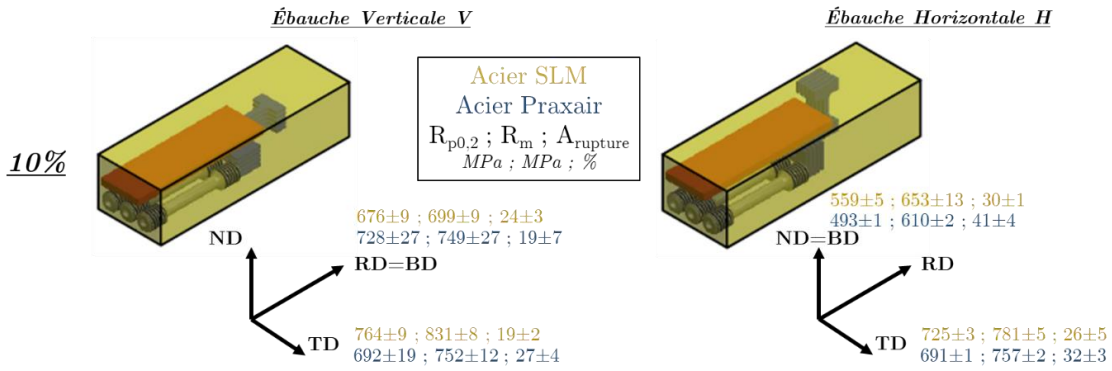


Figure 4.20 - Valeurs de $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ pour les ébauches laminées à 10% selon la direction de traction testée.

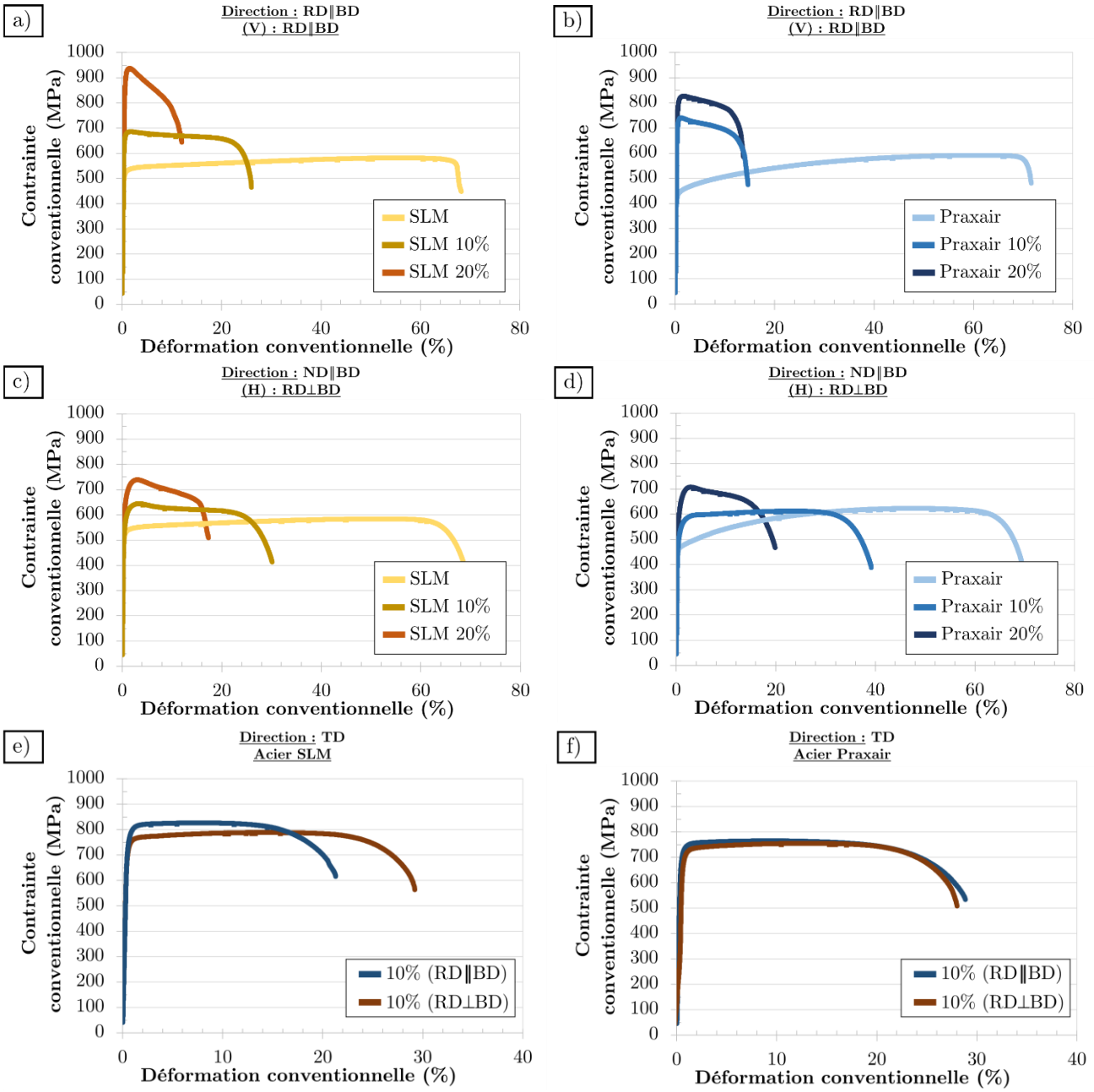


Figure 4.21 - **a)** Courbes de traction conventionnelles selon *RD∥BD* pour l'acier SLM brut, laminé à 10% et 20% selon *RD∥BD* – Configurations : **SSV**, **SSV_L10** et **SSV_L20**.
b) Courbes de traction conventionnelles selon *RD∥BD* pour l'acier Praxair brut, laminé à 10% et 20% selon *RD∥BD* – Configurations : **SPV**, **SPV_L10** et **SPV_L20**.
c) Courbes de traction conventionnelles selon *ND∥BD* pour l'acier SLM brut, laminé à 10% et 20% selon *RD⊥BD* – Configurations : **SSH**, **SSH_L10** et **SSH_L20**.
d) Courbes de traction conventionnelles selon *ND∥BD* pour l'acier Praxair brut, laminé à 10% et 20% selon *RD⊥BD* – Configurations : **SPH**, **SPH_L10** et **SPH_L20**.
e) Courbes de traction conventionnelles selon *TD* pour l'acier SLM laminé 10% selon *RD∥BD* et *RD⊥BD* – Configurations : **SSV_L10** et **SSH_L10**.
f) Courbes de traction conventionnelles selon *TD* pour l'acier Praxair laminé 10% selon *RD∥BD* et *RD⊥BD* – Configurations : **SPV_L10** et **SPH_L10**.

Contrairement à un taux de laminage à 20%, l'acier SLM conserve une certaine ductilité selon *RD* lorsque la direction de laminage est colinéaire à la direction de consolidation (configuration ***(V)***).

Il s'agit du même effet que celui observé sur les éprouvettes cylindriques à savoir une capacité de maclage encore présente selon cette direction malgré la sollicitation en traction qu'a impliqué le laminage à froid. Pour preuve, l'acier Praxair, qui ne développe aucune texture, montre un allongement à rupture plus faible de 5% par rapport à l'acier SLM et une striction immédiate après le domaine élastique, signe d'une ductilité réduite (cf. **Figure 4.21 a)** et **b)**). Donc l'influence de la microstructure initiale est encore présente après laminage à 10%, contrairement au laminage à 20%.

Par ailleurs, le caractère isotrope de l'acier Praxair se retrouve sur les valeurs de résistance mécanique et d'allongement à rupture pour la direction *TD* pour les configurations ***(V)*** et ***(H)***. Elles sont en effet égales comme le montrent les courbes de traction en **Figure 4.21 d)**.

L'acier SLM montre toutefois des différences sur ces valeurs avec notamment des résistances mécaniques plus élevées de 45 MPa en moyenne et un allongement à rupture réduit de 7%, qui reste néanmoins dans les marges d'erreur. Donc, outre l'effet de l'orientation de prélèvement des éprouvettes supposé précédemment pour les ébauches laminées à 20%, peut être supposé également une influence accrue de la morphologie des grains pour l'acier SLM, qui ont un rapport d'aspect plus élevé que dans la microstructure Praxair (0,34 contre 0,40). Cet effet d'orientation de prélèvement n'est pas significatif pour l'acier Praxair laminé à 10%, mais il le devient pour un taux de laminage de 20%.

La direction de traction *TD* montre dans tous les cas un bon compromis entre augmentation des résistances mécaniques qui atteignent 750-800 MPa et conservation d'un allongement à rupture autour de 30%.

Comme observé sur les ébauches laminées à 20%, la direction de traction *ND*$\parallel$*BD* pour la configuration de laminage ***(H)*** montre des valeurs de $R_{p0,2}$ et R_m légèrement plus importantes, de 20 à 60 MPa, que le brut testé en traction selon *BD*. Ceci confirme l'hypothèse exprimée précédemment. Le maclage des grains d'orientation $\langle 110 \rangle$ selon *BD*, et la direction de traction, reste possible lors de l'essai.

Enfin, le laminage à 10% élimine le peu d'écrouissage encore visible sur les courbes de traction des aciers bruts, en particulier pour l'orientation de traction *RD*$\parallel$*BD* pour la configuration ***(V)***.

Un faible écrouissage est néanmoins observé pour l'orientation de traction *ND*$\parallel$*BD* pour la configuration ***(H)***. Pour l'acier SLM, les valeurs de limite d'élasticité et de contrainte maximale sont plus élevées de 50 MPa par rapport au R_m de l'acier brut de consolidation. Par contre, selon cette direction de traction et cette configuration de laminage, la valeur de résistance à la traction R_m pour l'acier Praxair s'élève à 653 $\pm$ 13 MPa, ce qui est proche de R_m mesurée pour l'acier brut 672 $\pm$ 7 MPa. La différence entre les deux aciers est de nouveau à mettre sur le compte des contraintes résiduelles, plus élevées pour l'acier SLM.

Le laminage à froid introduit également une anisotropie d'environ 50 MPa concernant la contrainte critique de maclage du fait de l'écrouissage, sauf pour la direction de traction *TD* et ce pour les deux aciers SLM et Praxair et pour les deux configurations de laminage ***(V)*** et ***(H)***.

4.5.3. Faciès de rupture des éprouvettes

L'analyse des faciès de rupture montre qu'ils sont relativement similaires par rapport aux faciès observés sur les ébauches brutes de consolidation. L'ensemble des ruptures sont globalement ductiles indépendamment des configurations de laminage et des directions de traction.

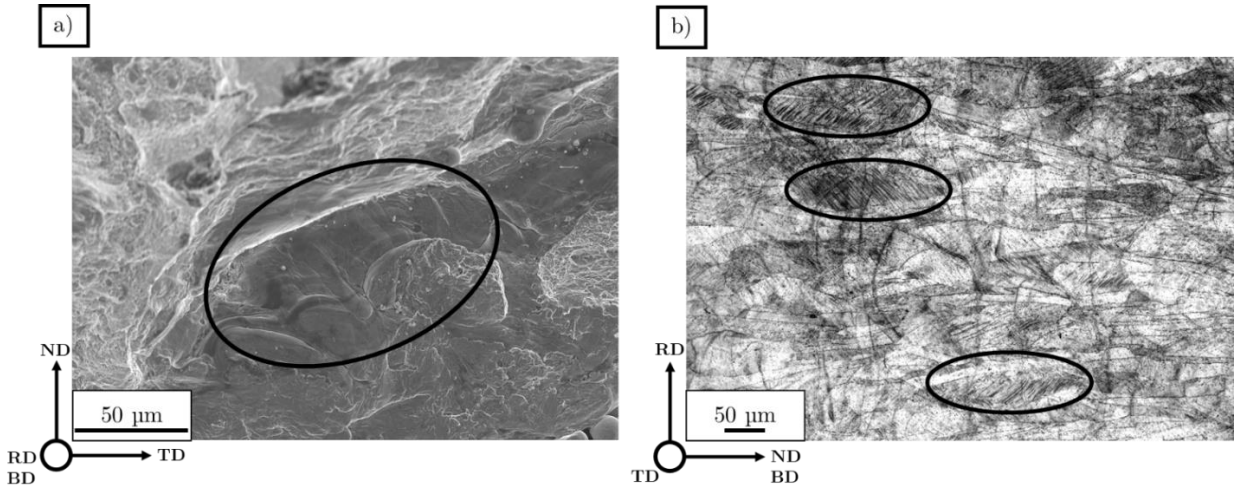


Figure 4.22 - **a)** Zone de rupture mixte du faciès de rupture d'une éprouvette ***P*** – Configuration **SSV_L20** – Axe de traction *RD∥BD*.
b) Coupe longitudinale d'une éprouvette ***P*** – Configuration **SSH_L10** – Axe de traction *ND∥BD*.

Les lèvres de cisaillement sont également présentes ainsi que les zones de ruptures mixtes entourées en noir dans la **Figure 4.22 a)**. Ces zones de rupture mixtes sont légèrement plus étendues pour les éprouvettes des ébauches laminées à 20%.

Les particules observées sur les ébauches brutes de fabrication sont également visibles sur les faciès de ces éprouvettes. Malgré l'écrouissage supplémentaire, ces inclusions ne favorisent pas l'apparition de fissures secondaires plus grandes que dans l'état brut.

L'analyse des coupes longitudinales a montré également l'absence de rupture le long des joints de bains de fusion.

Pour corroborer les explications concernant le maclage lors d'un essai de traction selon *ND∥BD* pour une configuration de laminage ***(H)***, la **Figure 4.22 b)** montre l'intense activité de maclage selon *BD* (entouré en noir sur l'image). Ces grains maclés ne sont pas observés sur les épaulements non-déformés de l'éprouvette de traction, ce qui montre bien que ces grains ont été maclés lors de l'essai de traction.

4.6. Bilan du chapitre 4

Ce chapitre s'est focalisé sur les propriétés microstructurales et en traction des aciers 316L L-PBF SLM et Praxair qui ont subi une déformation par laminage à froid à 10% et 20%. Ce mode de déformation à froid a été choisi comme modèle de mode de déformation à froid usuel dans l'industrie. Compte tenu de l'anisotropie de l'acier SLM principalement, deux configurations de laminage ont été étudiées :

- ***(V) :*** la direction de compression *ND* selon l'axe des rouleaux de laminage est colinéaire à la direction de consolidation *BD*. La direction de laminage *RD* est alors orthogonale à *BD*.
- ***(H) :*** la direction de laminage *RD*, qui induit une déformation en traction, est colinéaire à la direction de consolidation *BD*.

Tout d'abord, cette étude montre que les deux aciers 316L consolidés par le procédé L-PBF peuvent être déformés à froid jusqu'à près de 80% sans l'apparition de fissures sur les arêtes. Cette observation démontre la ductilité de ces matériaux et leur capacité à être mis en forme à froid, malgré les résistances mécaniques supérieures à celles de l'acier 316L conventionnel. Par ailleurs, comme attendu d'après l'analyse bibliographique, le laminage à froid jusqu'à un taux de 20% de ces deux aciers consolidés par L-PBF n'aboutit pas à l'obtention de martensite sous contrainte.

Ensuite, d'un point de vue microstructural, les deux microstructures brutes étudiées ici, SLM et Praxair, montrent une évolution différente lors du laminage à froid, jusqu'à 20% dans cette étude. En effet, si l'acier SLM montre une évolution calquée sur la nuance 316L conventionnelle avec un fort affinement de grains, l'acier Praxair dénote par la stabilité de la taille moyenne de ses grains et de leur distribution de taille. Cette différence significative de comportement par rapport aux aciers 316L conventionnels et « classiques » L-PBF peut ouvrir un champ de simplifications de procédés intéressant, notamment par la limitation du recours aux traitements thermiques à haute température nécessaires pour recristalliser la microstructure. La stabilité microstructurale de l'acier Praxair permet d'avoir recours principalement à des traitements thermiques de restauration qui ont moins d'impact sur les dimensions de la pièce. Cette stabilité permet par ailleurs d'effectuer une dernière étape de déformation à froid légère (10-20%) sans altérer les caractéristiques microstructurales, même s'il a été démontré que les propriétés mécaniques subissent une forte altération au-delà d'un taux de laminage de 10% (cf. infra). Il convient de noter que l'affinement de grains observé en particulier pour l'acier SLM peut être considéré comme apparent, lié à la fois au fait que l'étude ait été menée dans le plan (*BD*,*TD*) uniquement et au traitement des données par le logiciel EBSD. Une étude plus complète, notamment dans le plan (*RD*,*ND*), peut rendre compte de manière plus fidèle de l'évolution de la taille de grains à trois dimensions.

Toutefois, le laminage à froid de ces microstructures induit une modification de la morphologie des grains initiaux pour les deux aciers, qui sont colonnaires selon la direction de construction *BD*, surtout pour l'acier SLM. La configuration de laminage ***(H)*** conduit à un écrasement des grains selon leur longueur. En résulte alors une augmentation du rapport d'aspect des grains pour former des grains globalement équiaxes avec un rapport d'aspect (l/L) de l'ordre de 0,5. Par contre, la configuration de laminage ***(V)*** conduit à un allongement des grains selon $RD \parallel BD$, qui cause une diminution du rapport

d'aspect des grains pour la microstructure Praxair. Ce phénomène n'a en revanche pas été observé sur la microstructure SLM, certainement à cause d'une compétition entre l'allongement des grains existants et la création de nouveaux grains équiaxes par l'affinement de grains.

Enfin, la microstructure SLM, qui se caractérise par une forte texture ⟨110⟩ selon *BD*, montre un affaiblissement progressif de cette texture pour les taux de laminage considérés, comportement courant dans les aciers 316L conventionnels. La microstructure Praxair, n'ayant pas de texture très marquée à l'état brut de consolidation, reste stable. Pour les deux microstructures, aucune nouvelle composante de texture issue du laminage n'a pu être détectée par EBSD. Les taux de laminage étudiés ici ne sont pas suffisants pour créer une nouvelle texture, par un intense maclage mécanique par exemple.

Un autre point étudié est l'étude du maclage mécanique de ces aciers L-PBF suite à leur laminage à froid car, comme l'a montré le chapitre **3**, le maclage régit le comportement mécanique en traction de ces aciers.

Un protocole robuste, qui se fonde sur le calcul d'un facteur de Schmid effectif en laminage, permet de déterminer de manière précise le variant de maclage activé expérimentalement sur les coupes métallographiques analysées par EBSD. Le facteur de Schmid effectif utilisé, tiré d'un article de Luo et al. [177], repose sur la moyenne arithmétique des facteurs de Schmid en compression et en traction pour le variant considéré. Les données brutes utilisées pour utiliser ce protocole sont les valeurs d'angles d'Euler de la matrice et de la macle issues de l'analyse EBSD.

La détermination systématique des variants de maclage activés pour l'ensemble des configurations de laminage et des microstructures permet alors de déterminer les valeurs minimales des facteurs de Schmid en traction, en compression et en laminage pour lesquels les variants sont activés. Cette analyse complète a confirmé l'importance de la composante en compression selon l'axe des rouleaux par rapport à la composante en traction selon la direction de laminage. Une tentative de modification du facteur de Schmid effectif à partir des données expérimentales aboutit une modélisation du laminage par la combinaison de ces deux composantes avec un ratio de 90/10, qui confirme le déséquilibre entre les deux sollicitations. La détermination des conditions de maclage pour un acier 316L L-PBF reste limitée par deux facteurs : l'hypothèse d'une correspondance entre les tenseurs de contrainte et de déformation à l'échelle macroscopique et à l'échelle du grain ; et, la compétition entre le glissement et le maclage, l'activité du premier inhibant l'activation de l'autre.

Cette approche permet d'expliquer les différences de taux surfaciques de grains maclés entre les différentes configurations. Les taux surfaciques de grains maclés pour la microstructure Praxair ne varient pas entre les deux configurations de laminage, absence de variation expliquée par l'isotropie cristallographique de cet acier. Le laminage de l'acier SLM avec $RD \parallel BD$ induit une activité en maclage plus intense que dans l'autre configuration car la direction de la composante en traction *RD* est colinéaire à la direction de texture ⟨110⟩ favorable au maclage en traction. Dès lors, le possible contrôle fin de la texture des aciers consolidés par le procédé L-PBF peut ouvrir la voie à l'optimisation des propriétés en déformation du matériau lors d'un procédé de déformation à froid.

Enfin, les propriétés en traction de ces ébauches laminées ont été étudiées dans différentes directions afin de dresser une cartographie de ces propriétés selon différents axes.

Le laminage à froid des ébauches induit en premier lieu une augmentation des limite d'élasticité et contrainte maximale avant rupture au prix d'une chute importante de l'allongement à rupture. Ce

comportement est usuel pour les matériaux déformés à froid. Néanmoins, les allongements à rupture restent inférieurs au 316L conventionnel, à taux de laminage équivalent. En effet, les contraintes résiduelles au sein des aciers L-PBF peuvent les « précontraindre ».

Une bascule des propriétés en traction a été observée sur l'acier SLM entre 10% et 20% de laminage. En effet, jusqu'à 10% de laminage, les propriétés en traction, et notamment l'anisotropie, sont plutôt influencés par la microstructure de départ et surtout par l'intense maclage en traction selon *BD*. Le laminage des ébauches à un taux supérieur, 20% ici, consomme complètement cette capacité de maclage mécanique et les propriétés en traction dépendent alors des directions de laminage plus que de la direction de construction. L'acier Praxair ne montre pas cette bascule du fait de son isotropie. Ces observations confirment l'importance de la texture cristallographique dans les propriétés en traction de ces matériaux.

De l'ensemble des configurations de laminage et des directions étudiées en traction, plusieurs conclusions peuvent être déduites :

- Avoir une direction de laminage *RD* colinéaire selon *BD* semble produire des résultats moins probants que la configuration pour laquelle $ND \parallel BD$, notamment avec des allongements à rupture plus faibles.
- Pour cette dernière configuration, une direction de traction selon $ND \parallel BD$ démontre une relativement faible évolution des limites d'élasticité et contraintes maximales, même à 20% de laminage, mais l'allongement reste très réduit. Cette faible variation, qui reste significative, est à mettre sur le compte d'un maclage mécanique réduit, mais toujours présent.
- La direction transverse *TD* démontre les meilleures propriétés en traction avec des valeurs de résistance mécanique élevées et un allongement à rupture légèrement plus important.

En définitive, si la déformation à froid est possible sur les aciers de nuance 316L consolidés par le procédé L-PBF, les contraintes résiduelles semblent constituer le principal facteur qui limite fortement leur ductilité. La réduction de l'allongement à rupture due au laminage à froid est plus marquée pour les aciers 316L L-PBF par rapport aux nuances conventionnelles : $A_{Rupture}$ d'un acier 316L L-PBF laminé à 10% est équivalent à celui d'un acier 316L conventionnel laminé à 20%.

Plusieurs perspectives seraient à considérer dans la lignée de cette étude :

- L'influence d'un traitement thermique de relaxation de contraintes ou d'élimination de la sous-structure cellulaire avant déformation à froid, qui peut confirmer ou non leur rôle potentiel dans les propriétés mécaniques.
- L'étude d'autres procédés de mise en forme plus complexes comme le martelage ou le laminage à pas de pèlerin car le laminage à froid est un mode de déformation ne comportant que deux sollicitations.
- L'optimisation de la texture cristallographique des aciers consolidés en vue de leur déformation à froid.
- L'analyse d'essais de traction en température afin de déterminer le comportement de ces matériaux en température en vue d'une application plus large.
- L'étude de l'évolution de ces matériaux pour des taux de déformation plus importants afin de déterminer des éventuelles similitudes avec les aciers conventionnels, comme par exemple la constitution d'une texture de fibre α pour de forts taux de laminage.

D'un point de vue plus centré sur l'étude des matériaux issus du procédé L-PBF et des procédés de FA métallique en général, une étude sur l'évolution texturale de ces aciers au cours d'une

déformation intense à chaud ou à froid peut soulever des singularités microstructurales supplémentaires par rapport au comportement des aciers conventionnels. La prise en compte des effets de texture cristallographique semble également fondamentale dans la compréhension et l'éventuelle optimisation des procédés de déformation post-fabrication.

5. Traitement thermique de l'acier 316L consolidé par L-PBF

Comme mentionné dans le bilan du chapitre précédent (cf. **4.6**), l'usage d'un traitement thermique (TTH) peut être préconisé en amont du laminage à froid afin de relâcher les contraintes internes ou éliminer la sous-structure cellulaire. L'usage des TTH est très courant dans l'industrie pour la mise en forme des matériaux, notamment pour restaurer ou recristalliser les microstructures écrouies. L'étude de l'influence des TTH sur les propriétés des deux aciers 316L L-PBF présentés dans ce manuscrit semble alors indispensable dans une optique d'intégration des procédés de FA métallique dans les procédés de mise en forme.

Ce chapitre se décompose en trois parties principales :

- L'analyse de l'évolution des propriétés microstructurales des ébauches brutes de fabrication suite à différents TTH. Cette analyse a été réalisée en collaboration avec Édouard DE SONIS, doctorant au DMN/SRMA/LTMEx et DPC/SEARS/LISL (2020-2023).
- L'évolution des propriétés en laminage des ébauches après TTH. Les caractéristiques microstructurales ont été étudiées dans le cadre du stage de fin d'études de Núria de Almeida, effectué au DPC/SEARS/LISL d'avril à août 2021.
- Le traitement thermomécanique de l'acier 316L L-PBF par l'analyse d'ébauches laminées à froid puis traitées thermiquement. Cette analyse a en grande partie été effectuée d'un point de vue expérimental lors du stage de Núria de Almeida.

Remarque préliminaire

Contrairement au traitement des cartographies EBSD des microstructures brutes et écrouies, un angle de désorientation maximal de 5° a été choisi pour les analyses EBSD portant sur les microstructures recristallisées.

Pour les microstructures restaurées seulement (TTH à 900°C pendant 1h) et écrouies, l'angle maximal de 10° a été conservé.

5.1. Traitement thermique des aciers 316L bruts consolidés par L-PBF

5.1.1. Choix des effets voulus sur les microstructures après TTH

La revue bibliographique effectuée en **1.4.2** montre trois effets principaux des TTH sur les microstructures brutes de l'acier 316L L-PBF :

- La relaxation des contraintes résiduelles : plusieurs TTH sont mentionnés pour atteindre cet objectif. Un traitement à 650°C pendant 2h permet d'éliminer 65% des contraintes internes [188]. Un traitement à 700°C pendant 1h conduit à une homogénéisation partielle de la composition chimique d'après des calculs effectués sur CALPHAD [147].
- L'élimination des sous-structures cellulaires de solidification et de dislocations : l'homogénéisation chimique atteinte s'accompagne d'une disparition des sous-structures lors d'un traitement à 900°C pendant 1h [57].
- La recristallisation de la microstructure brute : comme mentionné dans le chapitre relatif à l'**État de l'art**, la recristallisation (RX) de cette microstructure intervient pour des températures et des durées de traitement plus élevées que pour l'acier 316L conventionnel, ce qui traduit une meilleure stabilité des microstructures 316L L-PBF vis-à-vis des traitements thermiques de recristallisation. Néanmoins, des TTH à 1100°C pendant 2h ou à 1200°C pendant 1h permettent d'obtenir une RX totale des microstructures.

Comme la relaxation des contraintes résiduelles s'accompagne d'une homogénéisation chimique partielle, deux effets des TTH sont analysés dans ce manuscrit : l'élimination des sous-structures cellulaires de solidification et de dislocations et la recristallisation totale des microstructures brutes.

Le choix de ces effets implique alors deux températures de TTH : 900°C et 1200°C.

5.1.2. Détermination des gammes de traitement thermique et étalonnage du four ELTI 1600

L'étude des propriétés en laminage à froid des aciers 316L L-PBF utilise des ébauches de dimensions plus importantes (150 x 60 x 25 mm^3). L'étalonnage du four doit prendre en compte un décalage de montée et descente en température à cœur d'ébauche lorsque l'ébauche est traitée thermiquement.

Pour ce faire, la cinétique de chauffage à cœur de pièce a été déterminée par le montage exposé en **Figure 5.1 a)** pour un cube de 56 mm de côté. Cette étape de calibrage a été effectuée en parallèle de la thèse d'E. de Sonis, qui étudie les TTH sur des cubes de ces dimensions. De plus, les dimensions de ce cube se rapprochent de celles des pavés étudiés. Toutefois, des différences de comportement notamment en RX ont pu être constatées entre les cubes et les pavés. Ces différences seront exposées et étudiées dans la section **5.2**.

Le montage consiste à mesurer la température de trois manières distinctes :

- Par le thermocouple de consigne du four. Il sert à l'asservissement du chauffage dans le four.
- Par un thermocouple de type K situé dans l'enceinte du four. Il permet de déterminer le décalage éventuel entre la température effective dans l'enceinte et la température du thermocouple de consigne.
- Par un thermocouple de type K situé au cœur du cube. Il permet de déterminer le retard de chauffe à cœur et d'évaluer le délai de maintien au-delà duquel le TTH débute au cœur de la pièce.

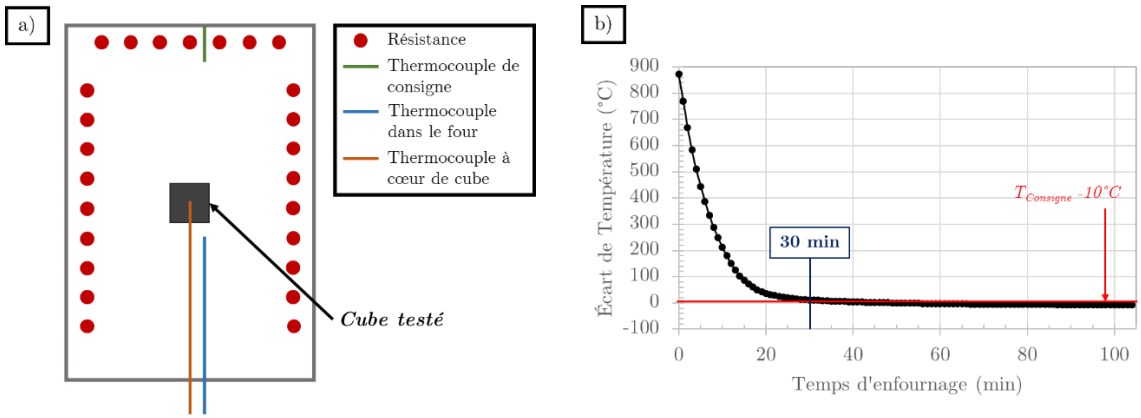


Figure 5.1 - **a)** Montage de mesure de la cinétique de chauffage après la mise au four.
b) Écart de température (°C) à cœur de cube par rapport à la température consigne de 900°C.

Cet essai permet d'obtenir les courbes d'écart de température à cœur de cube par rapport à la température consigne, comme celle exposée en **Figure 5.1 b)** pour une température de 900°C. Deux temps de délais de montée en température ont été déterminés : 30 minutes pour une température de 900°C et 20 minutes pour une température de 1200°C.

Par conséquent, deux traitements thermiques ont été utilisés :

- 900°C pendant 1h : le temps réel d'exposition est de 1h30.
- 1200°C pendant 1h : le temps réel d'exposition est de 1h20.

5.1.3. Traitement thermique à 900°C pendant 1h

Cette sous-section se concentre sur les effets d'un TTH à 900°C pendant 1h sur les caractéristiques microstructurales des deux aciers 316L étudiés dans cette thèse.

5.1.3.1. Les invariants : morphologie des grains, texture cristallographique et précipitation

Ces caractéristiques ont été déterminées par des analyses EBSD. Elles montrent une stabilité des microstructures après ce TTH comme le montre la **Figure 5.2** et les valeurs du **Tableau 5.1**.

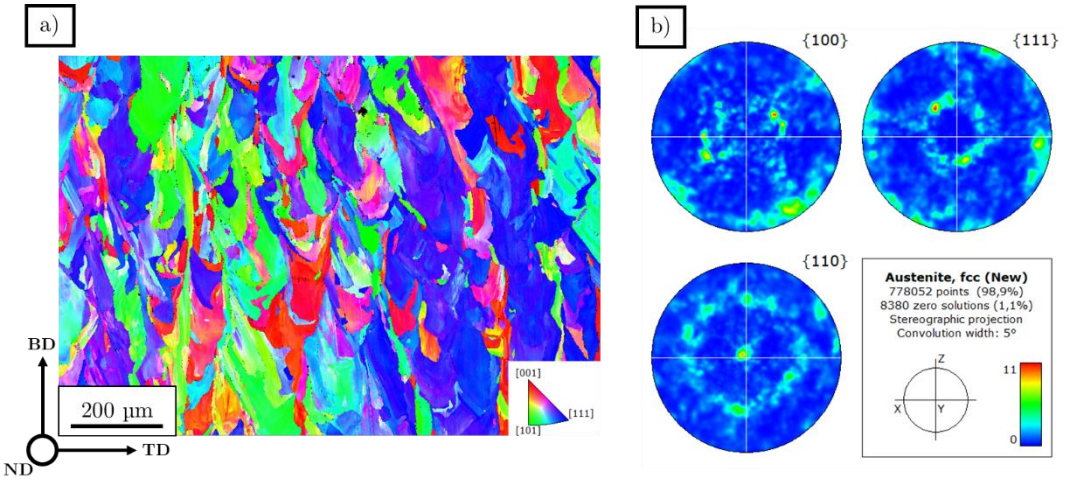


Figure 5.2 - **a)** Cartographie IPF selon X = TD (IPF-X) de la section transverse (BD x TD) de l'échantillon **SSH_T900**.
b) Figure de pôles de l'échantillon **SSH_T900**.

	Morphologie de grain			Texture	
Acier	**Taille moyenne (µm)**	**Rapport d'aspect**	**Angle Θ (°)**	**Type**	**Indice**
SLM Brut	86,2 ± 2,5	0,34 ± 0,01	72,0 ± 0,6	Fibre ⟨110⟩	5,09
Praxair Brut	20,3 ± 0,1	0,43 ± 0,01	63,5 ± 0,1	Fibre ⟨110⟩	1,35
SLM 900	82,6 ± 3,1	0,36 ± 0,01	73,2 ± 0,5	Fibre ⟨110⟩	4,59
Praxair 900	21,8 ± 0,1	0,37 ± 0,01	65,7 ± 0,1	Fibre ⟨110⟩	1,28

Taille moyenne de grain en pondération surfacique. Rapport d'aspect = l/L.

Tableau 5.1 - Résumé des caractéristiques des microstructures SLM et Praxair traitées thermiquement à 900°C pendant 1h.

Les caractéristiques morphologiques des grains ainsi que la texture cristallographique des microstructures ne changent pas entre l'état brut et l'état traité thermiquement à 900°C pendant 1h. De même, leur désorientation interne reste également inchangée après TTH.

Autre caractéristique restant inchangée : la précipitation. D'après une étude plus fine réalisée par E. de Sonis [219], le traitement à 900°C n'a pas d'effet sur la précipitation : la distribution de tailles, le nombre et la répartition spatiale des précipités restent stables après ce traitement.

5.1.3.2. Sous-structures cellulaires et joints de bain de fusion

La sous-structure cellulaire de solidification a totalement disparu des microstructures traitées thermiquement. Cette disparition est attestée par les observations MEB-SE du contraste topographique suite à une attaque à l'acide oxalique. L'homogénéisation chimique résultante a été confirmée par des analyses EDX sur lames MET [219].

Les observations MET réalisées par E. de Sonis (cf. **Figure 5.3**) ont également montré une nette diminution de la densité de dislocations et une quasi disparition de la sous-structure cellulaire de dislocations. Cette disparition est le signe d'une restauration du matériau.

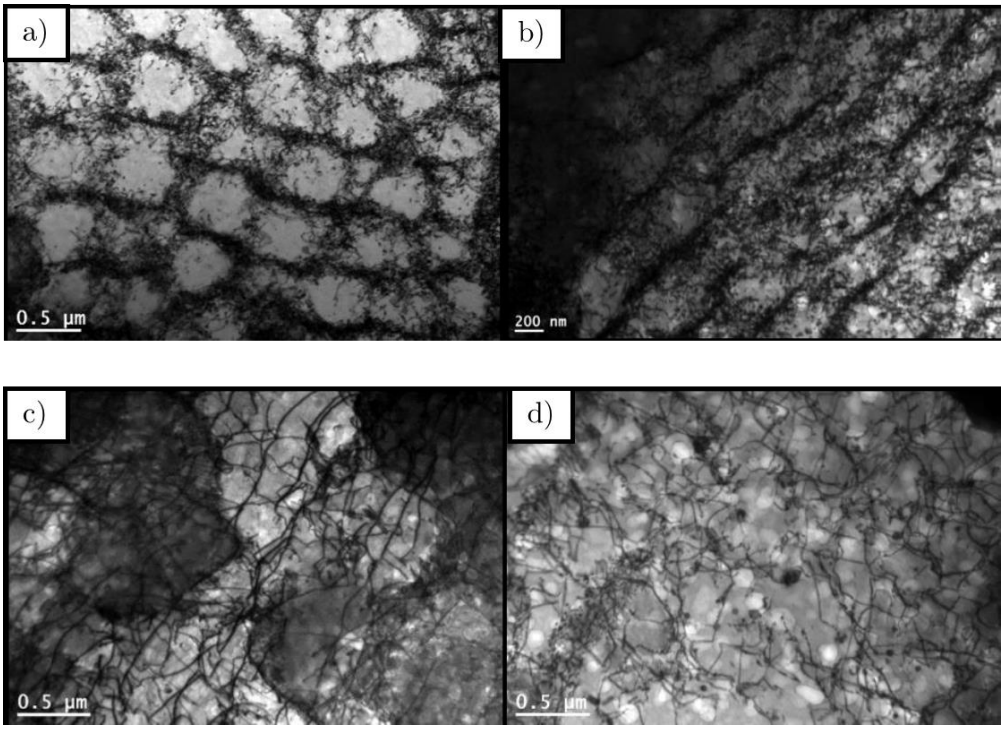


Figure 5.3 - **a)** Cellules de dislocations dans l'acier SLM, MET champ clair.
b) Cellules de dislocations dans l'acier Praxair, MET champ clair.
c) Microstructure de l'acier SLM suite au traitement de 600 °C 1 h + 900 °C 1 h, MET champ clair.
d) Microstructure de l'acier Praxair suite au traitement de 600 °C 1 h + 900 °C 1 h, MET champ clair.
Tiré de [219].

Par ailleurs, les joints de bains de fusion disparaissent également après ce TTH. D'après des analyses STEM/EDX menées par Godec et al. [138], ces joints présentent une composition chimique légèrement différente par rapport à la matrice, notamment en Mo et Cr. Ainsi leur disparition après un TTH de 900°C pendant 1h peut être un signe supplémentaire de l'homogénéisation chimique au sein de la matrice.

5.1.4. Traitement thermique à 1200°C pendant 1h – Recristallisation

5.1.4.1. Protocole de calcul de la fraction recristallisée par le GOS (Grain Orientation Spread)

Un moyen courant de déterminer la fraction recristallisée sur une microstructure est d'utiliser les cartographies de GOS (Grain Orientation Spread) d'un échantillon.

Dans une cartographie EBSD, chaque pixel ou point analysé a une orientation cristalline. Lors du traitement de la cartographie EBSD et de la définition de la cartographie de grains, une orientation cristalline moyenne du grain peut être calculée pour chacun d'eux comme exposé en **Figure 5.4**.

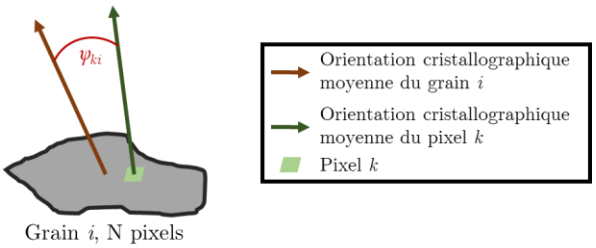


Figure 5.4 - Schéma explicatif du calcul du GOS.

À partir de la détermination de ces deux grandeurs, un angle de désorientation ψ_{ki} est déterminé pour le pixel considéré. Il représente la désorientation du pixel par rapport à l'orientation moyenne du grain entier. La moyenne des désorientations de tous les pixels du grain donne le GOS du grain considéré, tel que :

$$GOS\ i\ = \frac{1}{N}\sum_{k=1}^{N}\psi_{ki} \qquad \textbf{(16)}$$

Un grain recristallisé étant un grain sans déformation interne, cette analyse des cartographies de GOS permet de discriminer les grains déformés des grains non-déformés. Une valeur empirique de GOS inférieur à 1° correspond à des grains non-déformés sur les cartographies de GOS fournies par le logiciel OIM. Cette valeur maximale de 1° qui est couramment utilisée correspond au bruit d'exploitation issue de l'analyse EBSD.

La définition d'un grain pour ce calcul est fixée par une désorientation maximale de 2°, et non 10° comme pour les traitements précédents. La **Figure 5.5** permet d'illustrer et de justifier ce choix. En effet, pour une désorientation maximale de 5°, certains grains, comme celui indiqué par la flèche noire, apparaissent comme ayant un GOS < 1°. Mais lorsqu'un profil de désorientation est tracé dans ce grain comme illustré en **Figure 5.5 d)**, la désorientation cumulée dans ce grain dépasse largement le critère de 1° de désorientation par rapport à la matrice, avec une valeur maximale ici de plus de 16°. Avec la définition d'un angle de désorientation maximal de 2°, ce grain n'apparaît plus comme ayant un GOS inférieur à 1°. Cette définition permet entre autres de matérialiser les sous-joints de grains issus de la déformation à froid, qui peuvent venir fausser les calculs du GOS si la valeur de désorientation d'un joint de grains est trop importante.

À partir de ces critères, un traitement d'image sur le logiciel OIM et sur le logiciel ImageJ permet de ne montrer que les grains déformés et donc non recristallisés : les grains ayant un GOS inférieur à 1° sont marqués en blanc. Plusieurs artefacts dans le traitement du logiciel EBSD peuvent perturber la définition et le calcul des désorientations comme la présence de pixels mal indexés, de sous-joints délimitant deux parties recristallisées d'un même grain ou des éventuelles rayures observées. Afin de s'en affranchir, une correction manuelle est effectuée en déterminant le profil de désorientation des grains concernés et en les éliminant sur ImageJ s'il s'agit bien de grains non-déformés.

La fraction recristallisée brute est alors le rapport entre la surface cumulée des grains ayant une valeur de GOS inférieure à 1° et la surface totale de la cartographie, qui, pour être représentative, est supérieure à 1100 x 820 µm^2. Cette surface permet de contenir près de 1000 grains pour l'acier SLM, et 5000 grains pour l'acier Praxair.

Cette fraction recristallisée brute ne représente pourtant pas totalement la fraction recristallisée réelle. Certains grains ont un GOS inférieur à 1° dans les microstructures brutes comme le montre les cartographies de GOS pour les deux aciers bruts SLM et Praxair en **Figure 5.6**.

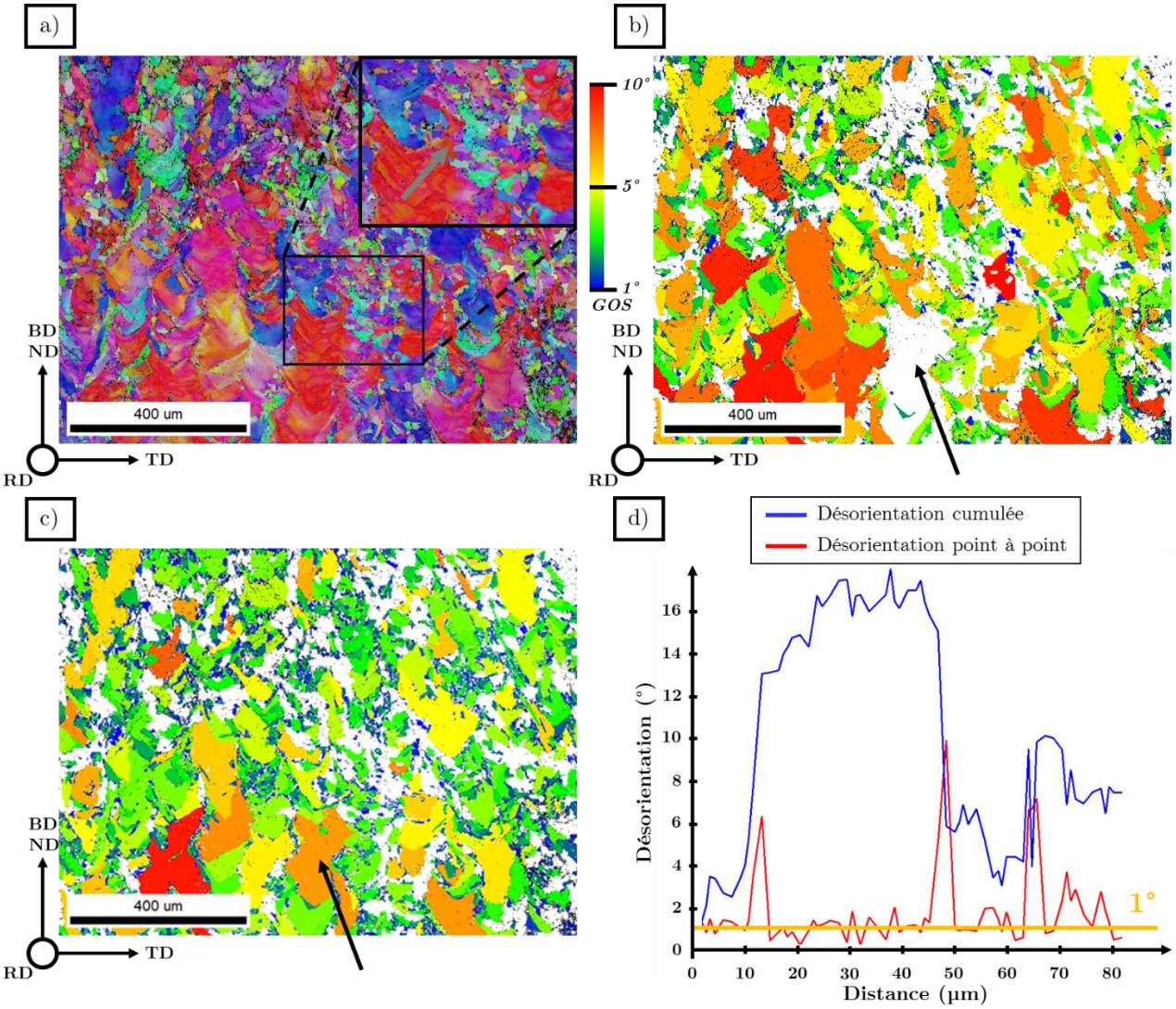


Figure 5.5 - **a)** Cartographie IPF selon Z = RD (IPF-Z) de la section transverse (BD x TD) de l'échantillon **SSH_L20_T900**.
b) Cartographie de GOS correspondante pour une définition des joints de grains à 5°.
c) Cartographie de GOS correspondante pour une définition des joints de grains à 2°.
d) Profil de désorientation le long de la flèche grise présente en **a)**.

En appliquant le protocole ci-dessus, les fractions recristallisées de ces deux aciers bruts s'élèvent à 10% pour l'acier SLM et 12% pour l'acier Praxair, alors que de manière évidente ces deux aciers ont une fraction recristallisée nulle.

Afin de prendre en compte ces fractions initiales de grains non-recristallisés F_0 mais ayant un GOS inférieur à 1°, une fraction recristallisée finale F est calculée à partir de la fraction recristallisée brute F_{GOS}. La principale hypothèse dans cette correction est que les grains ayant un GOS inférieur à 1° présentent la même cinétique de recristallisation que les autres. En découle alors l'équation suivante :

$$F = F_{GOS} - F_0 + F.F_0$$

La fraction recristallisée F est égale à la fraction brute F_{GOS} à laquelle est soustraite la fraction F_0 de grains ayant un GOS<1° mais non recristallisés obtenue sur les microstructures brutes, et à laquelle est ajoutée la fraction $F.F_0$ des grains ayant un GOS<1° à l'état brut mais ayant pu recristalliser. La simplification de cette expression aboutit à l'équation :

$$F = \frac{F_{GOS} - F_0}{1 - F_0} \qquad \textbf{(17)}$$

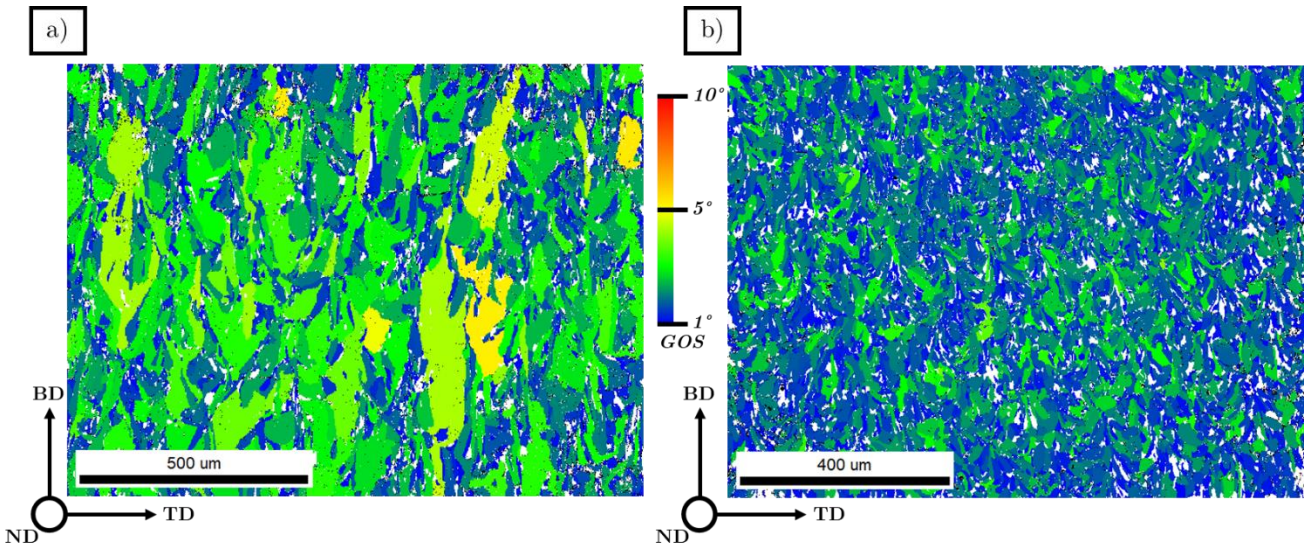


Figure 5.6 - **a)** Cartographie de GOS de l'acier SLM brut de fabrication – Échantillon **SS**.
b) Cartographie de GOS de l'acier Praxair brut de fabrication – Échantillon **SP**.

5.1.4.2. Cinétique de recristallisation des aciers SLM et Praxair

Les résultats de cette section ont été obtenus en collaboration avec Édouard de Sonis [219] et permettent d'interpréter certaines observations présentées dans la section **5.2**.

Tout d'abord, les aciers SLM et Praxair soumis à un TTH de 1200°C pendant 1h présentent une microstructure presque totalement recristallisée avec des taux de recristallisation respectifs de 94% et de 96%. Un TTH initial à 600°C pendant 1h a été effectué en amont mais il n'a pas d'influence sur les propriétés énoncées ci-après.

	Morphologie de grain		Texture	
Acier	**Taille moyenne (µm)**	**Rapport d'aspect**	**Type**	**Indice**
SLM 1200	123 ± 5	0,47	Fibre ⟨110⟩	1,8
Praxair 1200	126 ± 5	0,44	Fibre ⟨110⟩	1,5

Données en pondération surfacique. Logiciel OIM.

Tableau 5.2 - Taille et rapport d'aspect moyens des grains et texture cristalline des aciers SLM et Praxair traités à 600°C / 1h puis 1200°C / 1h (résultats tirés de [219]).

Les microstructures recristallisées ont sensiblement les mêmes caractéristiques de morphologie, de taille de grains et de texture cristallographique comme exposé en **Tableau 5.2**. À noter toutefois le

maintien d'une très légère texture de fibre ⟨110⟩ selon la direction d'élaboration *BD*. Les rapports d'aspect inférieur à 0,5 indiquent que ces grains ne sont pas totalement équiaxes, comme observé classiquement pour les aciers 316L conventionnels.

Les cinétiques de recristallisation ont également été étudiées comme le montre la **Figure 5.7** [219]. Elles diffèrent entre les deux aciers SLM et Praxair. L'acier SLM peut recristalliser à 90% à 1100°C après 3h de traitement alors que l'acier Praxair se montre stable pour le même TTH.

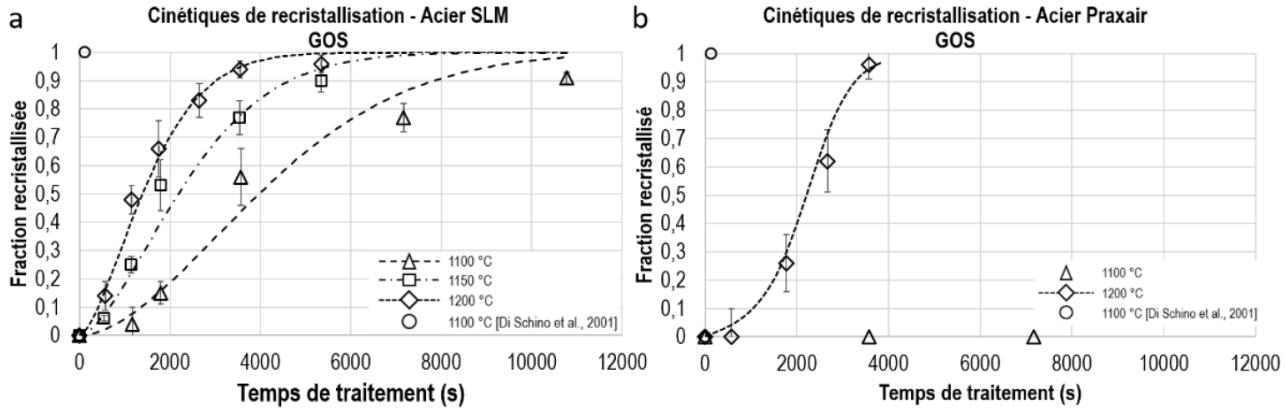


Figure 5.7 - Cinétiques de recristallisation des aciers a) SLM et b) Praxair (tiré de [219]).

Pour un traitement à 1200°C, l'acier SLM commence à recristalliser dès les premières minutes de traitement alors que la recristallisation de l'acier Praxair présente une cinétique plus lente. Par contre, la vitesse de recristallisation de l'acier Praxair est plus élevée que celle de l'acier SLM, à tel point que les deux aciers présentent une fraction recristallisée similaire après 1h de traitement. Cette différence de cinétique de recristallisation a pour effet que pour un temps de maintien intermédiaire de 45 minutes, la fraction recristallisée de l'acier Praxair ne s'élève qu'à 60% environ alors que celle de l'acier SLM s'élève à 85%.

Cette différence de cinétique s'explique par un mécanisme de recristallisation de type SIBM (Strain Induced grain Boundary Migration). La recristallisation précoce de l'acier SLM est expliquée par la présence de nombreux joints de type LAGB dans la microstructure brute de fabrication (cf. **3.3.3**). À l'inverse, le retard du début de recristallisation de l'acier Praxair est expliqué par la faible proportion de LAGB, la présence de LAGB augmentant localement l'énergie d'interface du joint de grains et favorisant par conséquent le déclenchement de la recristallisation.

5.1.4.3. Précipitation dans les aciers SLM et Praxair recristallisés

Ce traitement à 1200°C pendant 1h a un impact important sur la population des précipités. Une coalescence de précipités est observée aux joints de grains avec l'obtention de particules dont la taille peut aller jusqu'à un ou deux micromètres comme en **Figure 5.8** et **Figure 5.10**. La coalescence de précipités aux joints de grains a également été observée par Pinto et al. [220]. E. de Sonis a déterminé une différence importante de distribution de taille de particules entre les grains recristallisés et non-recristallisés. En effet, des particules plus fines sont observées dans les grains non-recristallisés comme dans celui présenté en **Figure 5.8 a)**.

Cette différence peut être expliquée par la migration des joints de grains lors de la recristallisation [221]. En effet, lors de la recristallisation, les joints des grains recristallisés migrent

dans des zones non-recristallisées riches en précipités dispersés de petite taille et sont épinglés par certains de ces précipités. Un mûrissement d'Ostwald préférentiel des précipités présents sur les joints s'effectue car ces joints sont alors des chemins de diffusion privilégiés pour les éléments chimiques par rapport à la matrice de l'acier 316L, L-PBF ou conventionnel [222]. Ces précipités grossissent alors jusqu'à atteindre une taille critique au-delà de laquelle l'épinglage de Zener est insuffisant pour bloquer le joint. Il continue alors à migrer dans le grain non-recristallisé jusqu'à rencontrer de nouveaux précipités de petite taille. Un nouveau cycle peut alors débuter. Ce mécanisme, nommé « stop-and-go » par Aota et al. [221] et confirmé par Deng et al. [192], permet également d'expliquer certaines lignes de précipités alignés observées dans certains grains recristallisés, comme celle entourée en noir dans la **Figure 5.9**.

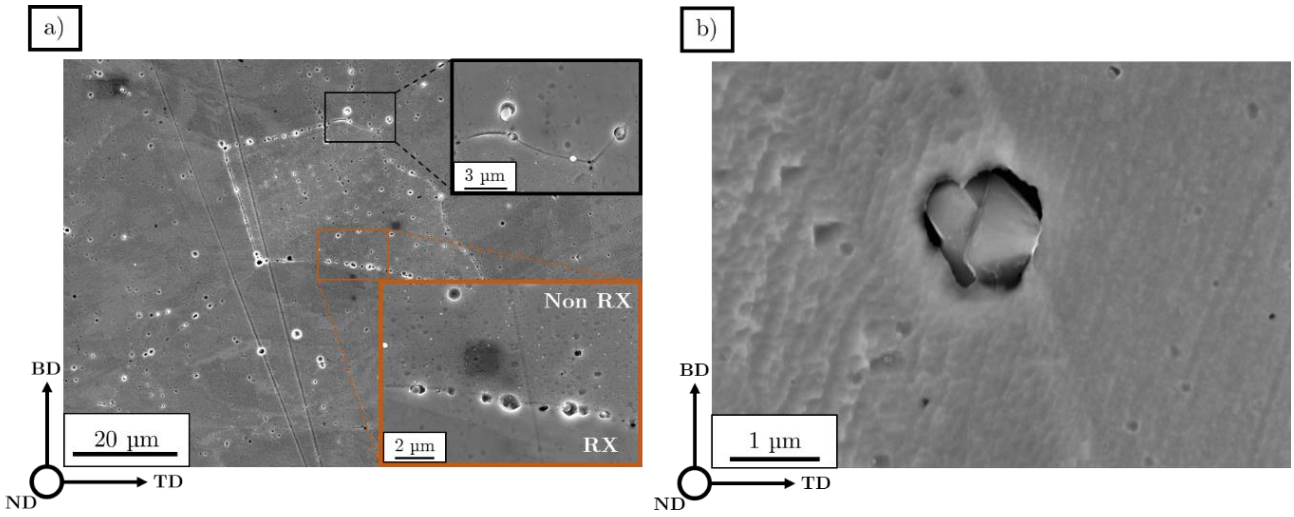


Figure 5.8 - **a)** Image MEB-SE d'une microstructure SLM traitée à 1200°C pendant 1h – SS_T1200. Grain non recristallisé au centre.
b) Image MEB-SE d'un précipité dans une microstructure Praxair traitée à 1200°C pendant 1h – **SP_T1200**.

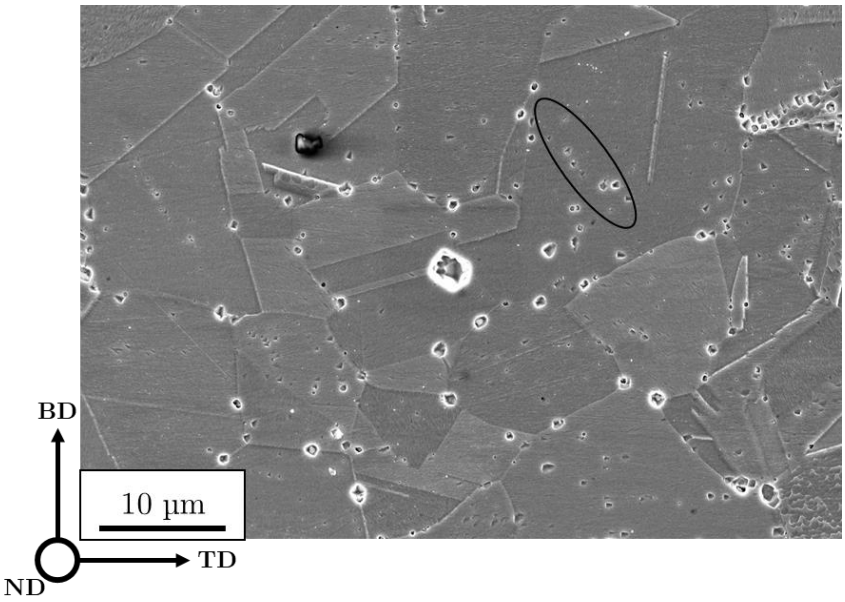


Figure 5.9 - Image MEB-SE d'une microstructure Praxair laminée à 20% puis traitée à 1200°C pendant 3h – **PH_L20_T1200_3h**.

La **Figure 5.8** soulève également le fait que les aciers SLM et Praxair recristallisés contiennent des précipités de morphologies différentes :

- Sphériques pour l'acier SLM.
- Prismatiques pour l'acier Praxair.

Les analyses EDX de ces précipités montrent une différence de composition chimique comme le montrent certains résultats regroupés en **Figure 5.10**.

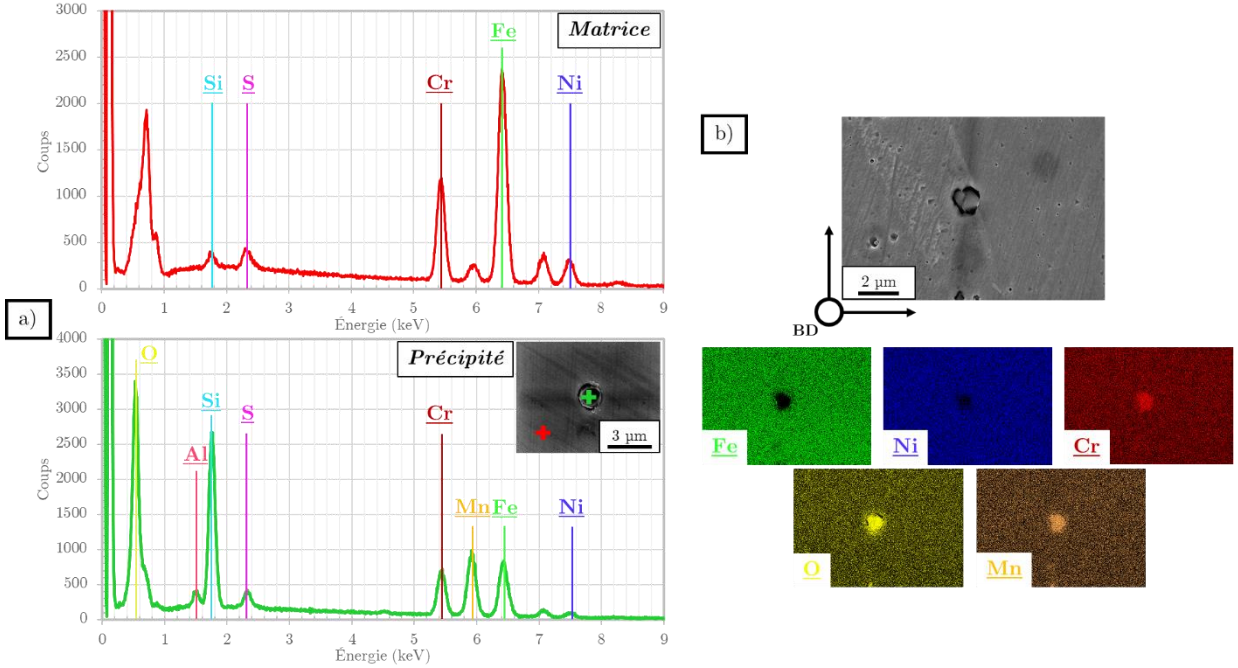


Figure 5.10 - **a)** Pointés EDX sur la matrice (rouge) et sur le précipité (vert) – Acier SLM traité à 1200°C pendant 1h.
b) Cartographie EDX d'une microstructure Praxair traitée à 1200°C comprenant un précipité.

Les précipités sphériques visibles sur l'acier SLM sont enrichis en oxygène, silicium et manganèse par rapport à la matrice. Le spectre EDX du précipité présenté en **Figure 5.10 a)** comporte des pics importants en éléments présents dans la matrice comme le fer, le chrome et le nickel.

Ces pics sont dus à la largeur du faisceau d'électrons qui sonde également la matrice dans l'environnement proche du précipité visé. En effectuant plusieurs profils EDX sur plusieurs lignes comprenant la matrice et des précipités, un fort appauvrissement en ces trois éléments est observé, contrairement aux précipités/inclusions observés dans la microstructure brute (cf. **Figure 3.17 c)**) dans lesquels la teneur en chrome reste stable.

La composition des précipités observés dans cet acier est en accord avec les précipités de composition $SiMnO_3$ mentionnés par Yan et al. [150] et Voisin et al. [147]. Ils proviennent certainement de la coalescence des particules de silicate de manganèse observées sur la microstructure brute du 316L L-PBF [150,188] avec enrichissement en oxygène. Enfin, des traces d'aluminium sont détectées dans ces précipités alors que cet élément n'a été détecté ni dans l'acier SLM, ni dans la poudre SLM que ce soit dans l'état brut de fabrication ou traité thermiquement. Une étude récente d'Aota et al. [221] mentionne également la présence de particules légèrement enrichies en aluminium dans un acier 316L L-PBF traité à 1150°C pendant 15 minutes.

Pour l'acier Praxair traité à 1200°C pendant 1h (cf. **Figure 5.10 b)**), l'ensemble des précipités observés sont de forme prismatique. Ces particules sont enrichies en chrome, manganèse et oxygène, avec l'absence notable du silicium. Cette composition chimique est compatible avec la présence d'inclusion de type $MnCr_2O_4$ observées par Yan et al. [150] dans un acier 316L L-PBF traité à 1200°C. Cette équipe explique l'apparition de ces particules à la composition chimique différente par un changement de nature des précipités avec une transition de $SiMnO_3$ vers $MnCr_2O_4$. Cette transition permet alors, d'après un calcul Thermo-Calc, la transformation des précipités d'une phase métastable de type rhodonite $SiMnO_3$ vers une phase stable de type spinelle $MnCr_2O_4$.

E. de Sonis [219] mentionne toutefois la présence possible de particules sphériques dont la composition chimique riche en éléments O, Si, Mn, et Al est comparable à celles des précipités sphériques observés sur l'acier SLM traité à 1200°C. Cette différence est probablement l'effet d'un avancement plus important de la transition susmentionnée pour l'échantillon analysé.

En définitive, l'application d'un TTH à 1200°C pendant 1h sur les aciers SLM et Praxair a un effet important sur la précipitation.

Les deux aciers présentent des signes d'une coalescence de précipités le long des joints de grains au cours du TTH et de la recristallisation, signe d'un mécanisme de croissance de grains potentiellement similaire.

La différence de nature des précipités entre les deux aciers témoigne d'un comportement distinct de la précipitation lors du même traitement thermique de recristallisation à 1200°C pendant 1h. En considérant les travaux de Yan et al. [150], les précipités de l'acier SLM ne subissent pas la transition Rhodonite / Spinelle alors qu'elle est favorable thermodynamiquement. L'ensemble des précipités de l'acier Praxair ont subi cette transformation de phase.

Comme mentionné en **1.4.2.2.3**, Deng et al. [192] soulignent une différence de composition chimique des précipités en fonction de l'état de recristallisation de l'acier : des précipités riches en Si dans le cas d'une microstructure recristallisée et des précipités de type $MnCr_2O_4$ pour une microstructure non recristallisée. Leurs conclusions permettent alors de justifier la différence de population de précipités entre les aciers SLM et Praxair.

Comme le montre la **Figure 5.7**, l'acier SLM recristallise de manière plus précoce que l'acier Praxair, notamment dès une température de 1100°C et pour des temps de maintien plus faibles. La recristallisation de l'acier Praxair n'est activée qu'à partir d'une température de 1200°C.

La transition de phase $SiMnO_3$ vers $MnCr_2O_4$ est alors possible dans l'acier Praxair car non recristallisé à des températures élevées, jusqu'à 1100°C au moins. Cette observation est confirmée par l'analyse de la microstructure Praxair présentée en **5.2.3.1**, traitée à 1200°C pendant 1h, très peu recristallisée et présentant des précipités de type $MnCr_2O_4$. L'acier SLM recristallisant à des températures plus faibles que l'acier Praxair, la diffusion des atomes de silicium le long des joints des grains recristallisés peut alors être favorisée. Cette diffusion accrue du silicium aboutit à la formation de précipités riches en Si de type $SiMnO_3$ ou SiO_2. La transition de phase est alors inhibée par le fait que les précipités ont une teneur trop importante en Si, supérieure à 0,8% en masse d'après leur calcul ThermoCalc, du fait de cette diffusion, d'où l'observation de précipités sphériques riches en silicium dans la microstructure SLM. Le mécanisme expliqué dans ce paragraphe est illustré par la **Figure 5.11**.

La différence de cinétique de recristallisation entre les aciers SLM et Praxair est donc à l'origine des différentes populations de précipités au sein de ces deux aciers dans leur état recristallisé.

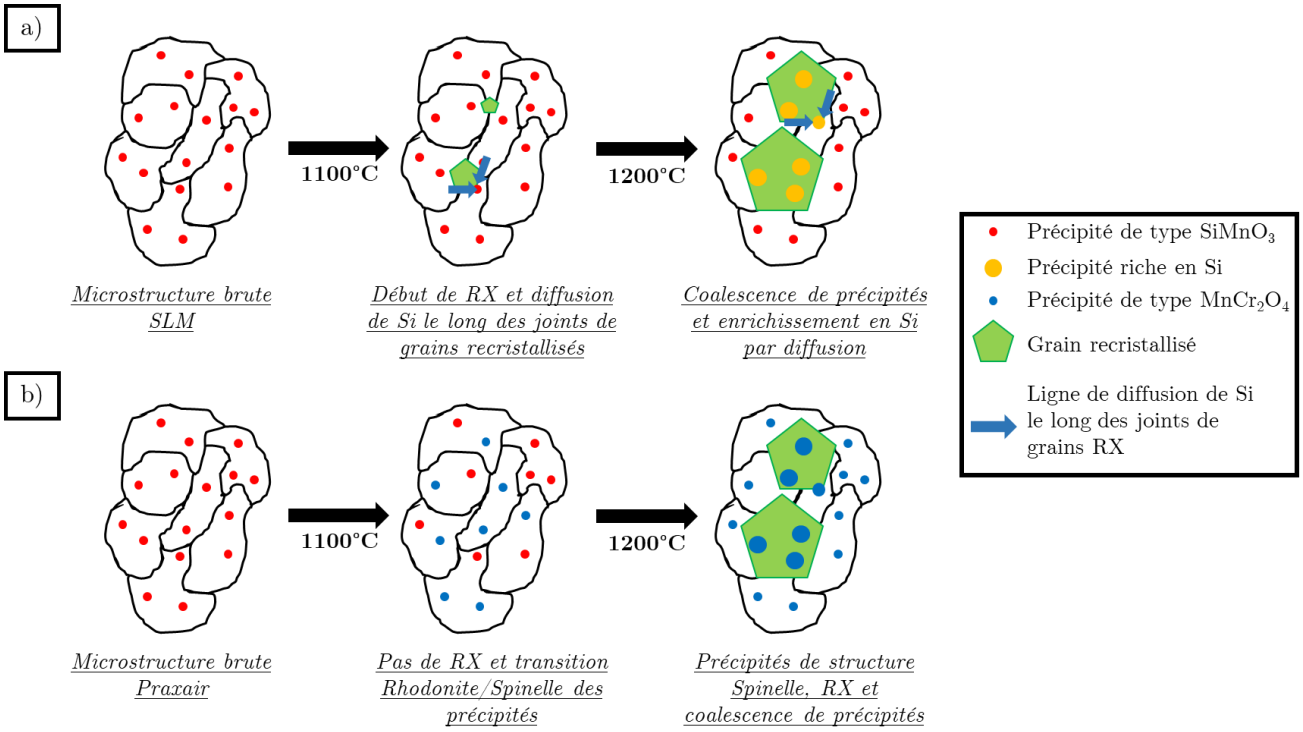


Figure 5.11 - **a)** Schéma de principe du mécanisme d'enrichissement en silicium et croissance de précipités dans l'acier SLM.
b) Schéma de principe de la transition Rhodonite vers Spinelle des précipités par absence de recristallisation à 1100°C dans l'acier Praxair.

Dans tous les cas d'un point de vue mécanique, la présence massive de ces précipités de taille importante peut avoir un impact significatif sur les propriétés en rupture de ces matériaux en favorisant une rupture inter-granulaire le long de ces lignes de précipités.

5.1.5. Évolution de la micro-dureté

La micro-dureté HV_{10} a été mesurée pour les deux aciers après les TTH à 900°C pendant 1h et à 1200°C pendant 1h. Les résultats sont présentés dans le **Tableau 5.3**.

Aciers	SLM	Praxair
Brut	228 ± 2	204 ± 2
TTH 900°C	190 ± 4	175 ± 5
TTH 1200°C	154 ± 2	132 ± 3

Tableau 5.3 - Micro-dureté HV_{10} des aciers SLM et Praxair à l'état brut et après un TTH à 900°C/1h et un TTH à 1200°C/1h.

La micro-dureté des aciers décroît suite aux TTH effectués, preuve d'un adoucissement des aciers. Malgré la recristallisation totale des matériaux après le TTH à 1200°C pendant 1h, un écart de micro-dureté entre les deux aciers est toujours observé et reste d'environ 20 HV_{10}.

De fait, la différence de dureté observée dans les aciers SLM et Praxair bruts de solidification (cf. **3.4.2**) est principalement due à la présence d'éléments durcissant en solution solide comme l'azote,

et non des contraintes résiduelles, car la densité de dislocations diminue très fortement dès un traitement à 900°C pendant 1h [219].

5.2. Propriétés en laminage à froid de l'acier 316L L-PBF après traitement thermique

L'analyse des propriétés en laminage à froid se décompose en deux parties :

- Une étude préliminaire sur un échantillon de type **SSH_T900_L20**. L'ébauche consolidée est de dimensions 60 x 20 x 15 mm^3. Cette étude préliminaire porte sur une caractérisation microstructurale par EBSD et une analyse des propriétés en traction d'une ébauche d'acier SLM, traitée thermiquement à 900°C pendant 1h, puis laminée à froid à un taux de 20%.
- Une étude sur les comportements d'ébauches de grandes dimensions 150 x 60 x 25 mm^3. Elle ne consiste qu'en une caractérisation microstructurale de ces ébauches traitées à 900°C pendant 1h puis laminées à 20%.

L'intérêt de ces deux études est d'évaluer l'intérêt et l'impact d'un TTH de restauration et d'homogénéisation à 900°C sur les propriétés en laminage à froid des aciers SLM et Praxair consolidés par le procédé L-PBF.

5.2.1. Étude complète sur une ébauche en acier SLM traitée à 900°C pendant 1h puis laminée à 20%

5.2.1.1. Évolution microstructurale

Le **Tableau 5.4** présente les caractéristiques principales de la microstructure de l'acier SLM traité à 900°C pendant 1h puis laminé à 20%. Les données présentées proviennent de l'étude de deux analyses EBSD comprenant 850 grains chacune environ.

	Morphologie de grain			Texture	
Configuration	**Taille moyenne (µm)**	**Rapport d'aspect**	**Angle Θ (°)**	**Type**	**Indice**
SSH_L10	69,0 ± 2,3	0,46 ± 0,01	60,0 ± 1,1	Fibre ⟨110⟩	4,95
SSH_L20	57,7 ± 1,4	0,50 ± 0,01	57,7 ± 0,6	Fibre ⟨110⟩	3,82
SSH_T900_L20	70,7 ± 3,5	0,44 ± 0,01	61,5 ± 0,8	Fibre ⟨110⟩	4,82

Taille moyenne de grain en pondération surfacique. Rapport d'aspect = l/L.

Tableau 5.4 - Résumé des caractéristiques microstructurales de l'acier SLM traité à 900°C/1h puis laminé à 20% - **SSH_T900_L20**.

Tout d'abord, cette configuration subit une modification des propriétés morphologiques des grains similaire à la configuration **SSH_L10** (laminage à 10% de l'acier SLM brut). En particulier, l'affinement de grains et la texture sont comparables à cette configuration. Cette observation soulève le rôle important des contraintes résiduelles et/ou de la sous-structure cellulaire dans l'évolution de la microstructure des aciers 316L L-PBF lors du laminage à froid.

En effet, le laminage à 20% d'une microstructure brute aboutit à un affinement bien plus important que le laminage à taux égal d'une microstructure SLM traitée à 900°C. Une possible explication est que ce TTH restaure la capacité de déformation et d'écrouissage de l'acier 316L L-PBF qui est précontraint. L'affinement de grains n'est alors effectif qu'à des taux de laminage plus élevés.

Cette différence de taux de déformation « effectif », en prenant en compte le taux de laminage et les contraintes résiduelles, a également un effet sur l'intensité de la texture de fibre. En effet, l'indice de texture est également aussi intense que dans la microstructure SLM brute laminée à 10%.

D'un point de vue microstructural, ici morphologie de grains et texture cristallographique, la microstructure SLM traitée à 900°C pendant 1h puis laminée à 20% est équivalente à une microstructure SLM brute laminée à 10%. Le TTH à 900°C / 1h, et donc la relaxation des contraintes résiduelles et l'élimination des sous-structures cellulaires, permet alors de « gagner » 10% de taux de laminage pour atteindre le même état de texture et de morphologie granulaire.

Enfin, le taux surfacique de grains maclés est de l'ordre de 13%, ce qui est quasiment égal au taux surfacique de grains maclés de la configuration **SSH_L10**, 10% ± 2%. Cette observation confirme une nouvelle fois l'adoucissement du matériau.

5.2.1.2. Module de Young et micro-dureté

La mesure par le dispositif RFDA indique que cette configuration **SSH_T900_L20** possède des modules de Young et de Poisson similaires à l'ébauche **SSH_L20** avec des valeurs respectives de 177 ± 2 MPa ; 0,224 ± 0,002 et 178 ± 3 MPa ; 0,218 ± 0,004. Ce TTH n'influe donc que très peu sur les valeurs de ces modules.

Un suivi de la micro-dureté a été effectué entre les différentes états de l'ébauche analysée : à l'état brut, après TTH 900°C/1h et après laminage à 20%. La **Figure 5.12** présente l'évolution de la micro-dureté entre ces différents états pour l'ébauche étudiée. À titre de comparaison, les valeurs de micro-dureté pour l'acier SLM, exposées en **4.5.1**, sont rappelées pour l'état brut et les configurations laminées à 10% et 20% (**SSH_L10** et **SSH_L20**).

La micro-dureté de l'ébauche après traitement thermique et laminage, **SSH_T900_L20**, s'élève à 268 ± 4 HV_{10}, proche de la micro-dureté de l'acier SLM brut de fabrication laminé à 10%.

Par ailleurs, les écarts de micro-dureté entre les états bruts et traités thermiquement à 900°C (**SS**/**SSH_T900** et **SSH_L20**/**SSH_T900_L20**) restent également les mêmes à 70-80 HV_{10} environ. Dès lors, le laminage à 20% ne permet pas de combler l'écart entre l'état brut et l'état traité à 900°C.

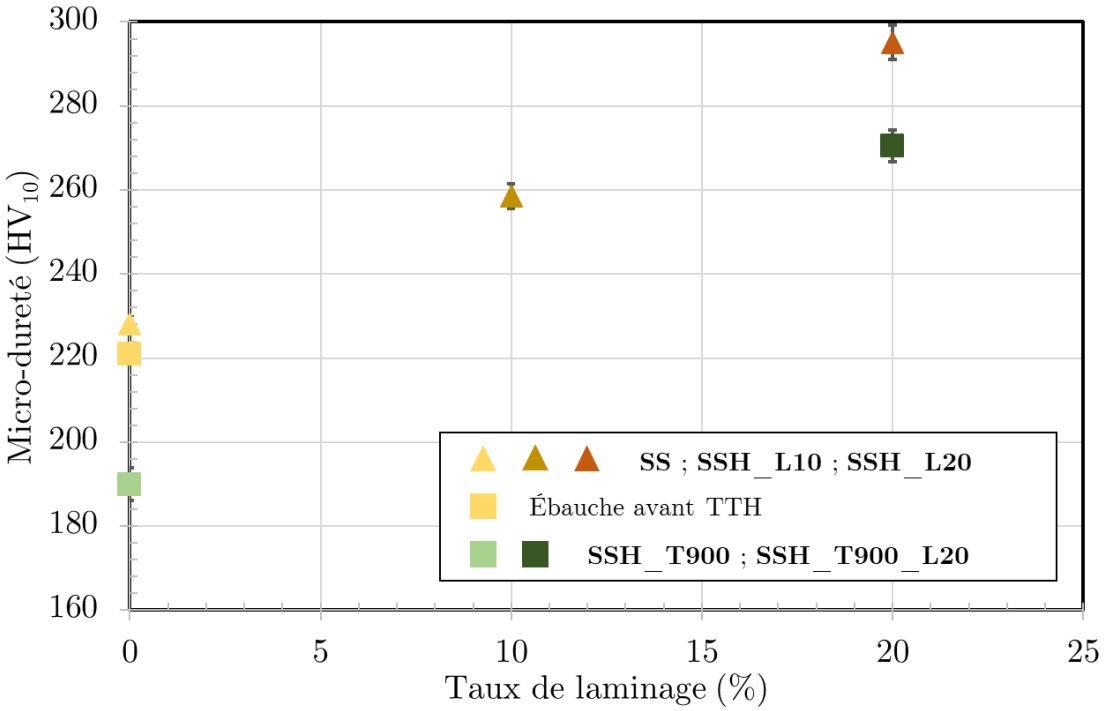


Figure 5.12 - Évolution de la micro-dureté HV_{10} pour l'ébauche étudiée à l'état brut, traité à 900°C et traitée puis laminée à 20%.

5.2.1.3. Propriétés en traction uni-axiale

Deux types d'éprouvettes ont été utilisées pour l'analyse des propriétés en traction uni-axiale de cette ébauche **SSH_T900_L20** (cf. **Figure 5.13**) :

- Des éprouvettes cylindriques ***C*** sont prélevées dans la longueur du barreau. La direction de traction est alors colinéaire à *RD* et orthogonale à *BD*.
- Des éprouvettes plates ***P*** sont prélevées en transverse dans le barreau. La direction de traction est alors *TD*.

Le **Tableau 5.5** résume les valeurs des limites d'élasticité, de résistance à la traction et d'allongement à rupture pour les éprouvettes ***C***. Comme pour la **Figure 5.12**, les valeurs concernant les configurations de laminage d'ébauches SLM brutes sont mentionnées à titre de comparaison.

Configurations (acier SLM)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	$A_{Rupture}$ (%)
Brut	591 ± 3	691 ± 2	39 ± 1
SSH_L10	784 ± 8	800 ± 6	16 ± 5
SSH_L20	824 ± 38	904 ± 9	25 ± 3
SSH_T900_L20	672 ± 26	780 ± 7	32 ± 2

Tableau 5.5 - Valeurs de $R_{p0,2}$, R_m et $A_{Rupture}$ d'éprouvettes ***C*** en acier SLM selon *RD* pour différentes configurations.

Tout d'abord, la valeur de R_m de la configuration **SSH_T900_L20** est proche de celle de la configuration **SSH_L10**. L'allongement à rupture est plus élevé avec 32%, valeur qui se rapproche de l'allongement de l'acier SLM à l'état brut de fabrication. Seule la limite d'élasticité est inférieure de 120 MPa entre les deux configurations.

Par ailleurs, le traitement à 900°C pendant 1h permet, et ce même après 20% de laminage, de retrouver de l'écrouissage alors qu'il était absent pour l'acier SLM brut laminé à 10%. Cet écrouissage est également visible sur les courbes de traction des éprouvettes ***P*** selon *TD* exposées en **Figure 5.13**.

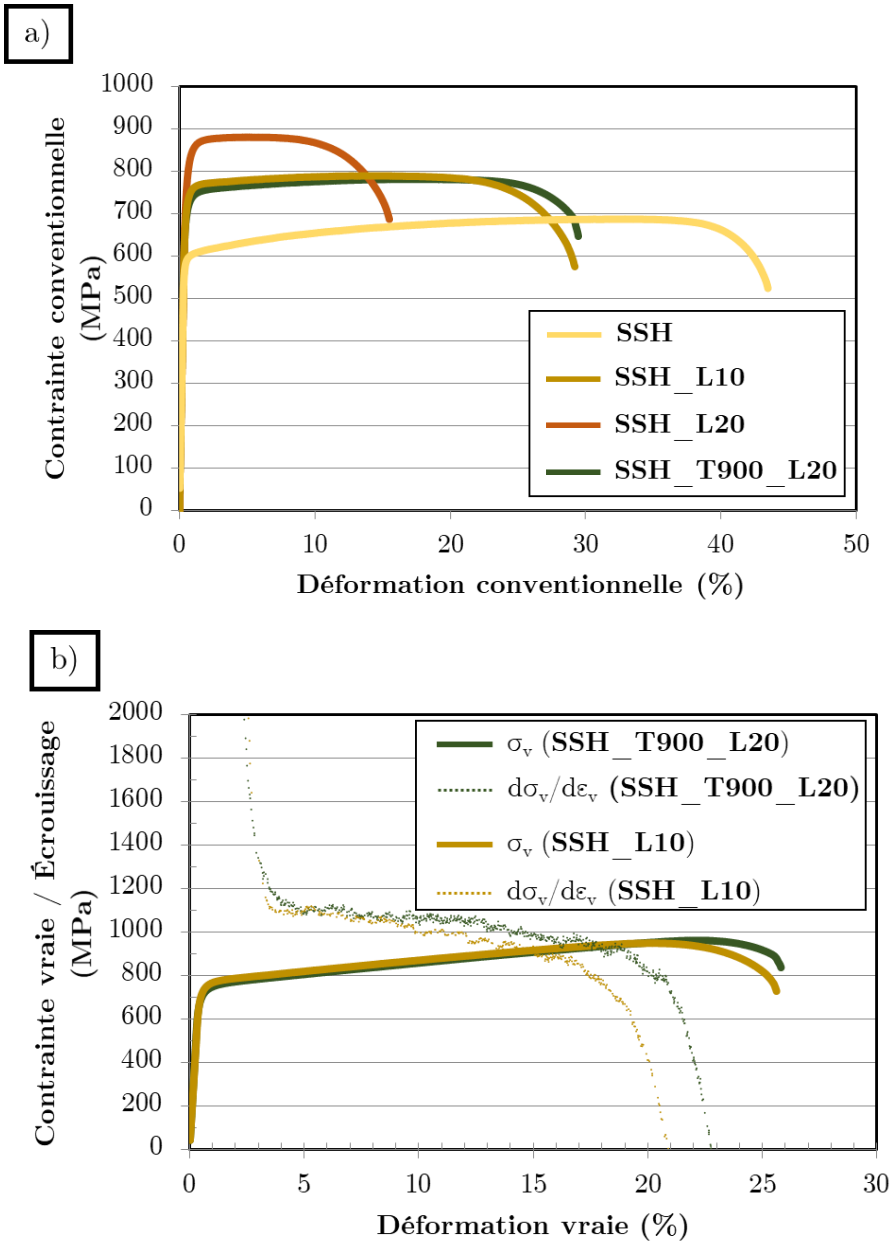


Figure 5.13 - **a)** Courbes de traction conventionnelles pour l'acier SLM dans les configurations **SSH**, **SSH_10**, **SSH_L20** et **SSH_T900_L20** selon *TD* – Éprouvettes ***P***.
b) Courbes Contrainte/Déformation vraies et d'écrouissage pour l'acier SLM selon *TD* – Configurations **SSH_L10** et **SSH_T900_L20** – Éprouvettes ***P***.

Les essais sur éprouvettes plates avec une direction de traction selon *TD* démontrent également la similitude de comportement en traction entre un acier SLM brut de fabrication laminé à 10% et un acier SLM traité à 900°C puis laminé à 20% comme le montre la **Figure 5.13**.

L'analyse des faciès de rupture montre que la rupture est complètement ductile pour tous les cas observés avec une proportion réduite de zones de rupture mixtes. Ces faciès restent similaires à ceux observés sur les éprouvettes SLM brutes comme le montre la **Figure 5.14**.

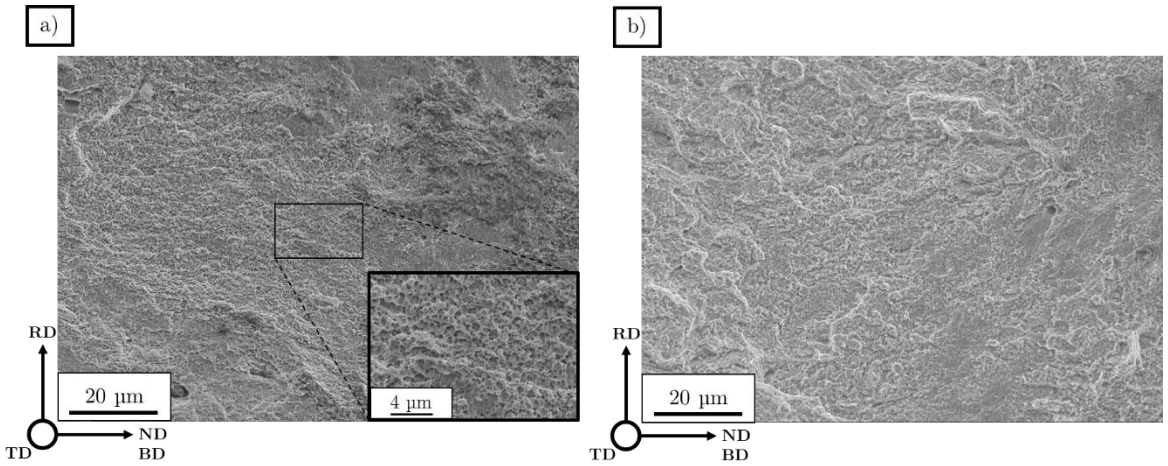


Figure 5.14 - a) Faciès de rupture d'une éprouvette ***P*** – **SSH_T900_L20** – Axe de traction *TD*.
b) Faciès de rupture d'une éprouvette ***P*** – **SSH _L20** – Axe de traction *TD*.

5.2.1.4. Bilan

Cette étude préliminaire couvre l'évolution des propriétés microstructurales et mécaniques d'un acier SLM traité à 900°C pendant 1h puis laminé à froid à 20%

Tout d'abord, le traitement à 900°C pendant 1h permet d'éliminer la sous-structure cellulaire et les contraintes résiduelles. En effet, l'adoucissement de l'acier SLM se traduit par une chute de micro-dureté entre l'état brut et l'état après TTH.

La principale conclusion de cette étude est que l'acier SLM traité à 900°C pendant 1h puis laminé à 20% possède des propriétés microstructurales et mécaniques similaires à celles d'un acier SLM laminé directement dans son état brut à 10%. Plusieurs points de similitudes ont été mis en exergue lors de cette étude :

- Taille et morphologie de grains : valeurs proches de taille moyenne de grains en pondération surfacique de l'ordre de 70 µm et de rapport d'aspect moyen des grains de 0,45 ;
- Texture cristallographique : maintien de la texture dominante de fibre ⟨110⟩ selon *BD* ayant un indice de texture comparable autour de 4,9 ;
- Micro-dureté HV_{10} : 268 ± 4 HV_{10} pour l'ébauche **SSH_T900_L20** et 258 ± 3 HV_{10} pour l'ébauche **SSH_L10** ;
- Propriétés en traction : les contraintes maximales avant rupture sont équivalentes autour de 790 MPa.

Donc, le traitement thermique à 900°C pendant 1h, qui élimine les contraintes résiduelles et les sous-structures cellulaires, améliore la ductilité et la déformabilité du matériau brut. Ces résultats confirment l'aspect précontraint des matériaux bruts issus de la consolidation par le procédé L-PBF à cause de l'action combinée ou individuelle des contraintes résiduelles et des sous-structures cellulaires.

Ce caractère précontraint explique également les faibles allongements à rupture observés sur les aciers 316L L-PBF laminés à 10% et 20%.

5.2.2. Propriétés en laminage à froid de l'acier 316L L-PBF après TTH 900°C/1h - Étude de l'ensemble des configurations

Comme mentionné au début de cette partie, les traitements thermiques ont été effectués sur des ébauches aux dimensions plus importantes 150 x 60 x 25 mm^3. Un seul taux de laminage, 20%, a été retenu, qui est le même que celui appliqué dans l'étude préliminaire. Les deux configurations de laminage étudiées dans le chapitre **4** sont de nouveau analysées : ***(V)*** et ***(H)***.

Le traitement thermique de ces ébauches à 900°C pendant 1h permet une relaxation des contraintes résiduelles et la disparation de la sous-structure cellulaire.

Les ébauches ont été laminées à un taux de réduction d'épaisseur de 20% en une dizaine de passes sur le laminoir du LTMEx (cf. **2.2.1.2**).

5.2.2.1. Évolution microstructurale lors du laminage à froid de l'acier SLM traité à 900°C/1h

Le **Tableau 5.6** résume les propriétés morphologiques des grains dans les configurations **SSV_T900_L20** et **SSH_T900_L20**.

Acier SLM	**Taille moyenne (µm)**		**Rapport d'aspect**		**Angle Θ (°)**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	86,2 ± 1,5		0,34 ± 0,01		72,0 ± 0,6	
ε = 10%	76,9 ± 2,1	69,0 ± 2,3	0,34 ± 0,01	0,46 ± 0,01	74,7 ± 1,2	60,0 ± 1,1
ε = 20%	64,6 ± 1,8	58,7 ± 1,4	0,32 ± 0,01	0,50 ± 0,01	77,2 ± 0,8	57,7 ± 0,6
TTH900°C − L20%	69,1 ± 3,1	63,2 ± 1,9	0,33 ± 0,01	0,43 ± 0,01	75,2 ± 2,0	63,2 ± 0,9

Taille moyenne de grain en pondération surfacique. Rapport d'aspect = l/L.

Tableau 5.6 - Taille et morphologie des grains de l'acier SLM traité thermiquement à 900°C/1h puis laminé à 20%.

Les deux configurations analysées sont sujettes à un affinement de grains, dont l'amplitude est réduite par rapport à l'affinement de grains observé sur les microstructures brutes laminées à 20%. Les valeurs de taille moyenne de grains, qui s'élèvent respectivement à 69,1 ± 3,1 µm et 63,2 ± 1,9 µm pour les configurations **SSV_T900_L20** et **SSH_T900_L20**, ne sont pas aussi proches des configurations brutes laminées à 10%, 76,9 ± 2,1 µm et 69,0 ± 2,3 µm, comme cela était le cas dans l'étude préliminaire exposée précédemment. Ces observations se retrouvent pour les autres paramètres relevés comme le rapport d'aspect des grains et l'angle Θ.

Les deux configurations conservent une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ selon *BD*. Une diminution de l'intensité de la texture est observée dans les deux cas. Comme pour les propriétés granulaires, ce déclin de texture est intermédiaire entre les configurations brutes laminées à 10% et 20%.

Taux de laminage ε	**Indice de texture**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	5,09	
ε = 10%	4,98	4,95
ε = 20%	3,06	3,82
TTH900°C – L20%	4,39	4,51

Tableau 5.7 - Indices de textures pour les microstructures SLM, TTH900 puis laminées à froid à 20%.

5.2.2.2. Laminage à froid de l'acier Praxair traité à 900°C / 1h

Le **Tableau 5.8** résume les caractéristiques morphologiques des grains dans les configurations **SPV_T900_L20** et **SPH_T900_L20**.

Taux de laminage ε	**Taille moyenne (µm)**		**Rapport d'aspect**		**Angle Θ (°)**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut	20,3 ± 0,1		0,43 ± 0,01		63,5 ± 0,1	
ε = 10%	21,8 ± 0,1	22,5 ± 0,4	0,40 ± 0,01	0,44 ± 0,01	72,4 ± 0,4	65,4 ± 0,6
ε = 20%	19,7 ± 0,3	18,3 ± 0,4	0,36 ± 0,01	0,48 ± 0,01	71,6 ± 0,8	60,0 ± 0,2
TTH900°C – L20%	19,5 ± 0,2	18,4 ± 0,3	0,34 ± 0,01	0,51 ± 0,01	76,5 ± 1,2	58,2 ± 1,1

Taille moyenne de grain en pondération surfacique. Rapport d'aspect = l/L.

Tableau 5.8 - Taille et morphologie des grains de l'acier Praxair traité thermiquement à 900°C/1h puis laminé à 20%.

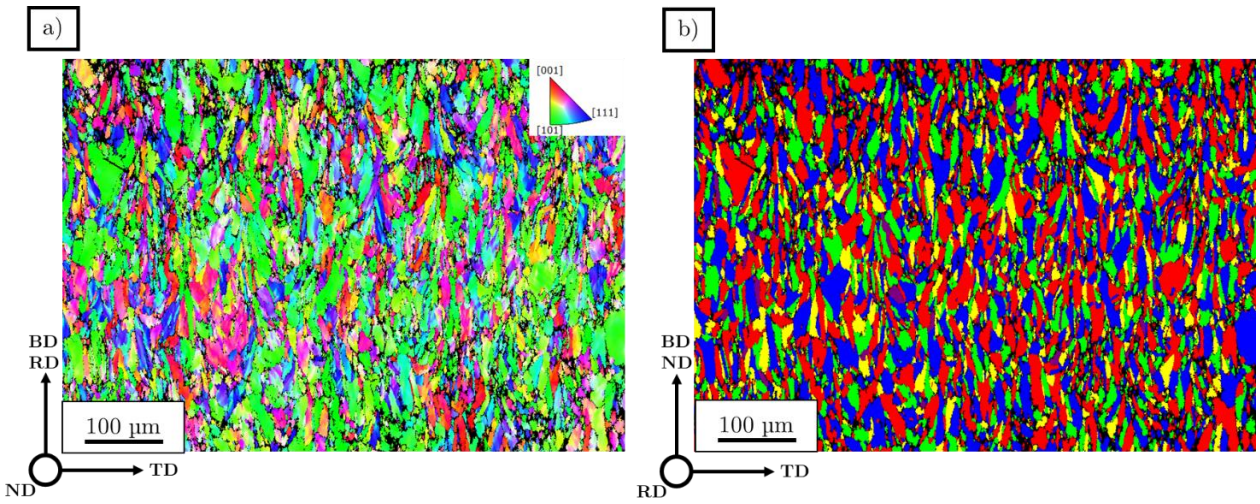


Figure 5.15 - **a)** Cartographie IPF selon Y = BD (IPF-Y) de la section transverse (BD x TD) de l'échantillon **SPV_T900_L20** – Grande ébauche.
b) Cartographie de grain correspondante.

La microstructure Praxair traitée à 900°C montre encore une relative stabilité de ses propriétés granulaires en terme de taille moyenne de grains avec un affinement de grains qui reste limité (cf. **Figure 5.15**). La morphologie des grains évolue de la même manière que lors du laminage à froid d'ébauches brutes de fabrication : allongement dans la longueur des grains pour une direction de laminage *RD∥BD*, écrasement des grains dans leur longueur pour *ND∥BD*.

Par ailleurs, la texture de fibre ⟨110⟩ selon *BD* reste extrêmement faible avec des indices de texture proches de 1,5.

Par conséquent, l'évolution microstructurale de l'acier Praxair traité à 900°C au cours du laminage à froid à 20% est similaire à l'évolution de la microstructure Praxair brute au cours du laminage à froid au même taux de réduction d'épaisseur.

5.2.2.3. Suivi de micro-dureté

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut laminé 10%	263 ± 3	258 ± 3	253 ± 2	233 ± 5
Brut laminé 20%	313 ± 3	295 ± 4	304 ± 2	282 ± 2
TTH 900°C + L20%	255 ± 3	275 ± 3	278 ± 1	266 ± 2

Tableau 5.9 - Micro-dureté HV_{10} mesurée pour les aciers SLM et Praxair traités à 900°C/1h puis laminés à 20%.

La micro-dureté des aciers SLM et Praxair traités puis laminés est intermédiaire, sauf pour **SSV_T900_L20**, entre les aciers laminés à 10% et les aciers laminés à 20%.

Dès lors, en prenant en compte l'analyse microstructurale de ces aciers traités/laminés évoquée en **5.2.2.1** et en **5.2.2.2**, le traitement thermique à 900°C pendant 1h sur les grandes ébauches a pour principal effet d'augmenter la capacité de déformation des deux aciers en les adoucissant. Cet adoucissement semble plus faible que pour l'ébauche de plus faibles dimensions car les microstructures étudiées sont plus sujettes à un affinement de grains et ont une micro-dureté HV_{10} plus élevée. Ce plus faible adoucissement provient probablement de l'effet de taille des ébauches, qui provoque une différence de plusieurs minutes sur la montée en température à cœur, et donc une réduction du temps de maintien effectif de l'ébauche à 900°C.

5.2.3. Traitement à 1200°C / 1h des ébauches de dimensions 150 x 60 x 25 mm³

Certaines de ces ébauches brutes ont été traitées à 1200°C pour un temps de maintien théorique d'une heure. La recristallisation totale attendue n'a pas été observée, en particulier pour l'acier Praxair. Cette sous-section se concentre sur cette observation et sur l'évolution de la précipitation dans l'acier Praxair, après traitement thermique à haute température sans recristallisation.

5.2.3.1. Recristallisation partielle des ébauches traitées

La **Figure 5.16** montre la microstructure de l'acier Praxair obtenue. Elle est quasiment inchangée par rapport à l'état brut de fabrication.

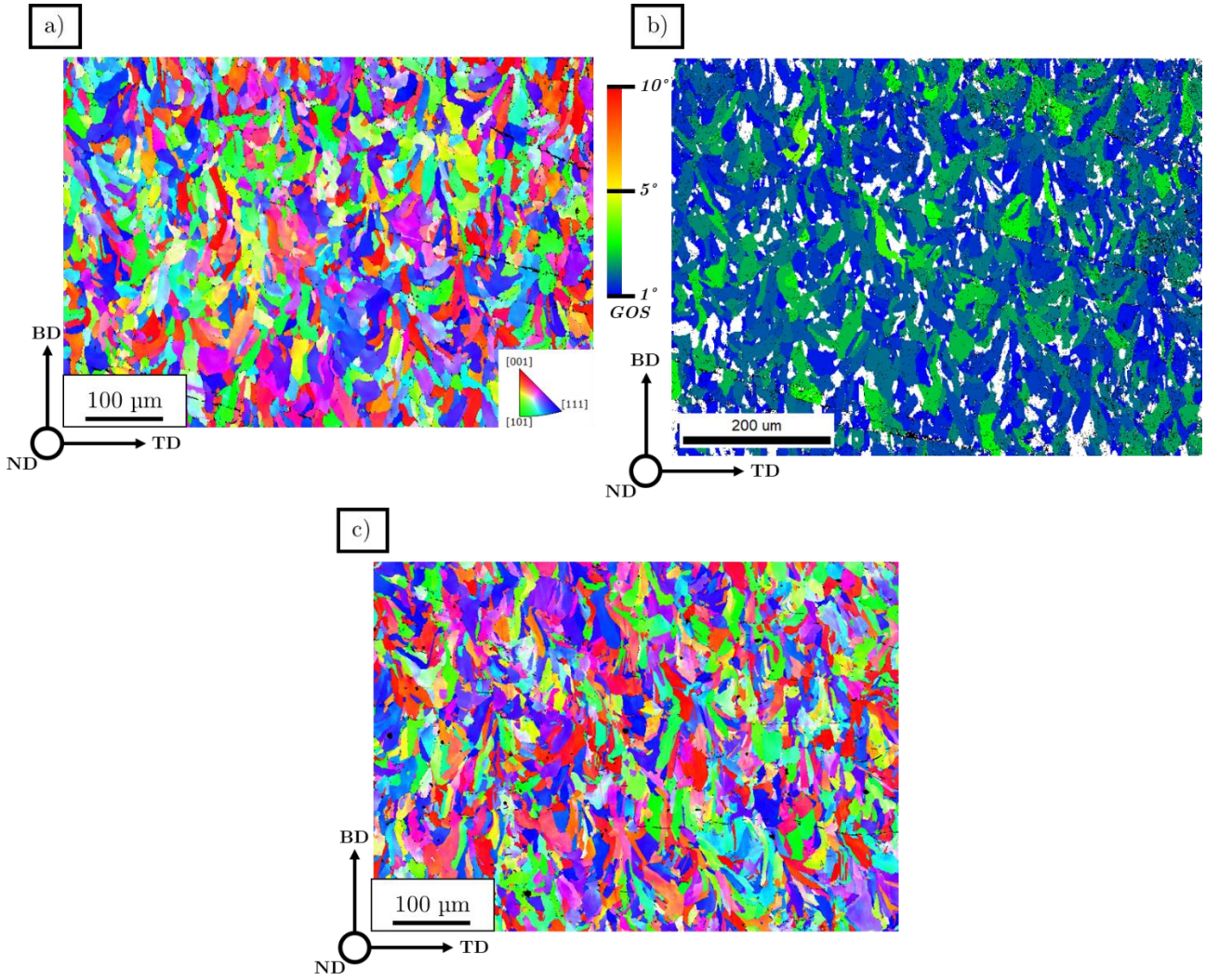


Figure 5.16 - **a)** Cartographie IPF selon Z = ND (IPF-Z) de la section transverse (BD x TD) de l'acier Praxair traité à 1200°C / 1h – Grande ébauche.
b) Cartographie de GOS correspondante.
c) Cartographie IPF selon Z = ND (IPF-Z) de la section transverse (BD x TD) de l'acier Praxair brut de fabrication pour comparaison.

L'analyse de la cartographie de GOS montre un taux de recristallisation brut de 18%, ce qui donne un taux de recristallisation corrigé de 7% seulement. Pour l'acier SLM, le taux de recristallisation calculé est aux alentours de 50% seulement.

Dès lors, l'état des microstructures obtenues est très loin d'un état complètement recristallisé, malgré la calibration initiale du four avec un cube massif de 56 mm de côté. En comparant ces taux de recristallisation avec les courbes de cinétique de recristallisation présentées en **Figure 5.7**, le temps de maintien effectif de ces ébauches lors de ce TTH à 1200°C s'approche plutôt de la vingtaine de minutes alors que le temps de maintien théorique prévu a été fixé à 1h.

Ce décalage des taux de RX et des temps de maintien effectifs peut provenir de l'effet de volume des ébauches traitées pour cette étude. En effet, les volumes à mettre en température sont différents entre le cube qui a servi pour le calibrage et les pavés étudiés : 176 cm^3 contre 225 cm^3, soit une augmentation de près de 30%. Le délai dans la mise en température peut s'en retrouver augmenté, diminuant ainsi le temps de maintien de la pièce à la température cible de traitement. Toutefois, les

pavés ont une épaisseur de 25 mm, qui est deux fois plus faible que les 56 mm des cubes initiaux, ce qui limite grandement l'effet de l'augmentation de volume.

Ces analyses EBSD ayant été réalisées dans une zone située à 1,2 cm du bord de l'ébauche, il peut être supposé qu'une montée plus rapide en température a eu lieu par rapport aux zones situées à cœur. Les zones de l'ébauche analysée sont donc les zones les plus susceptibles d'avoir recristallisé.

5.2.3.2. Précipitation dans l'acier Praxair traité à 1200°C non recristallisé

Malgré le fait que l'acier Praxair ne soit pas recristallisé, le même type de précipités riches en chrome, manganèse et oxygène qui correspond à $MnCr_2O_4$ est observé (cf. **Figure 5.17 b)**).

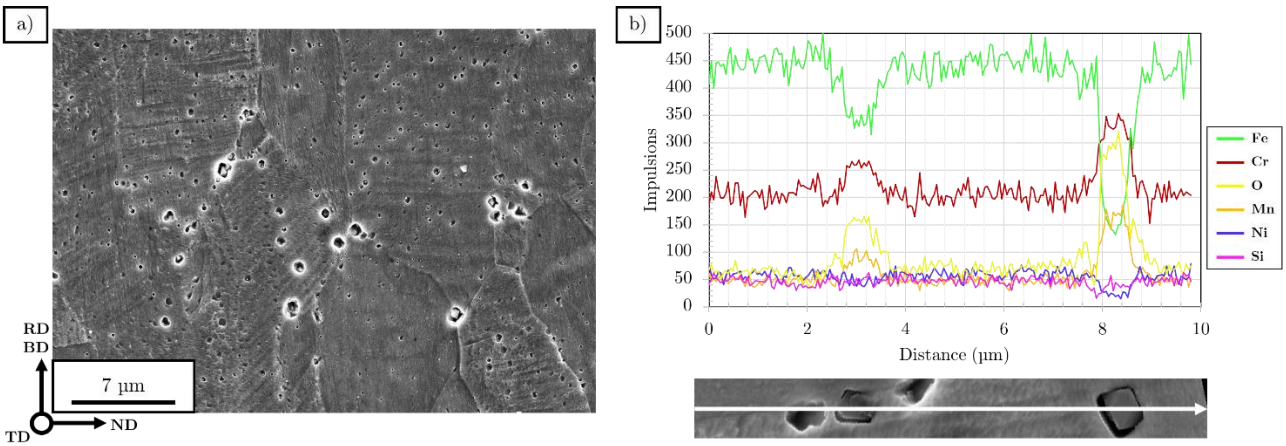


Figure 5.17 - **a)** Image MEB-SE d'une microstructure Praxair traitée à 1200°C non recristallisée puis laminé à 20% - Configuration **SPV_T1200_L20**.
b) Profil EDX d'une microstructure Praxair traitée à 1200°C non recristallisée comprenant deux précipités.

La coalescence de précipités est seulement visible aux joints de grains comme exposé en **Figure 5.17 a)**. Une dispersion de précipités de taille nanométrique est également présente dans les grains car non-recristallisés. Cette observation est en accord avec le mécanisme « stop-and-go » d'Aota et al. [221].

Donc, la transition de la phase rhodonite ($SiMnO_3$) vers la phase spinelle ($MnCr_2O_4$) s'effectue avant la recristallisation de l'acier Praxair et la coalescence de la majorité des précipités. Cette observation vient confirmer les explications exposées en **5.1.4.3** concernant les différences de précipitation entre les aciers SLM et Praxair.

5.3. Traitement thermomécanique des aciers 316L consolidés par L-PBF

Cette section porte sur l'étude d'un traitement thermomécanique des deux aciers SLM et Praxair. Pour ce faire, le laminage à froid à 20% d'ébauches brutes est suivi par un traitement thermique, soit à 900°C soit à 1200°C pendant 1h. D'un point de vue pratique, une partie des ébauches

laminées présentées dans le chapitre **4** a été traitée thermiquement. Les microstructures des échantillons étudiés ont été caractérisées par EBSD.

5.3.1. Abaissement de la température de recristallisation – Analyse des ébauches laminées et traitées à 900°C pendant 1h

5.3.1.1. Microstructure et taux de recristallisation

Quatre configurations ont été analysées par EBSD : **SSV_L20_T900** ; **SSH_L20_T900** ; **SPV_L20_T900** ; **SPH_L20_T900**. Les sous-structures cellulaires sont absentes pour toutes ces configurations.

Les **Figure 5.18** et **Figure 5.19** regroupent les différents résultats des analyses EBSD effectuées sur ces configurations de traitement, dont les cartographies IPF et les cartographies de GOS correspondantes.

Le **Tableau 5.10** dresse le comparatif entre les différents taux de surface recristallisée pour les quatre configurations mentionnées.

Aciers	**%RX**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
SLM_L20_T900	82% ± 3%	32% ± 2%
Praxair_L20_T900	81% ± 1%	78% ± 1%

Tableau 5.10 – Pourcentages de surface recristallisée déterminés à partir des cartographies de GOS pour les quatre configurations mentionnées.

Pour rappel, l'acier SLM brut de consolidation est totalement recristallisé à partir d'un TTH de 1100°C pendant 1h30 ou de 1200°C pendant 1h et l'acier Praxair à partir d'un traitement de 1200°C pendant 1h (cf. **Figure 5.7**). E. de Sonis a observé que l'acier Praxair brut ne recristallisait pas du tout pour un traitement de 1100°C pendant 2h.

Pour toutes les configurations de laminage, le laminage à froid à 20% permet donc d'abaisser la température de début de recristallisation, ici en dessous de 900°C, pour un même temps de maintien par rapport aux aciers bruts de consolidation.

L'abaissement de la température de recristallisation suite à la déformation à froid est un phénomène fréquemment observé dans les matériaux métalliques [184]. Il est essentiellement dû au stockage d'énergie sous la forme de défauts dans la maille cristalline lors de la déformation à froid des matériaux, éléments importants dans la nucléation et la croissance des grains recristallisés.

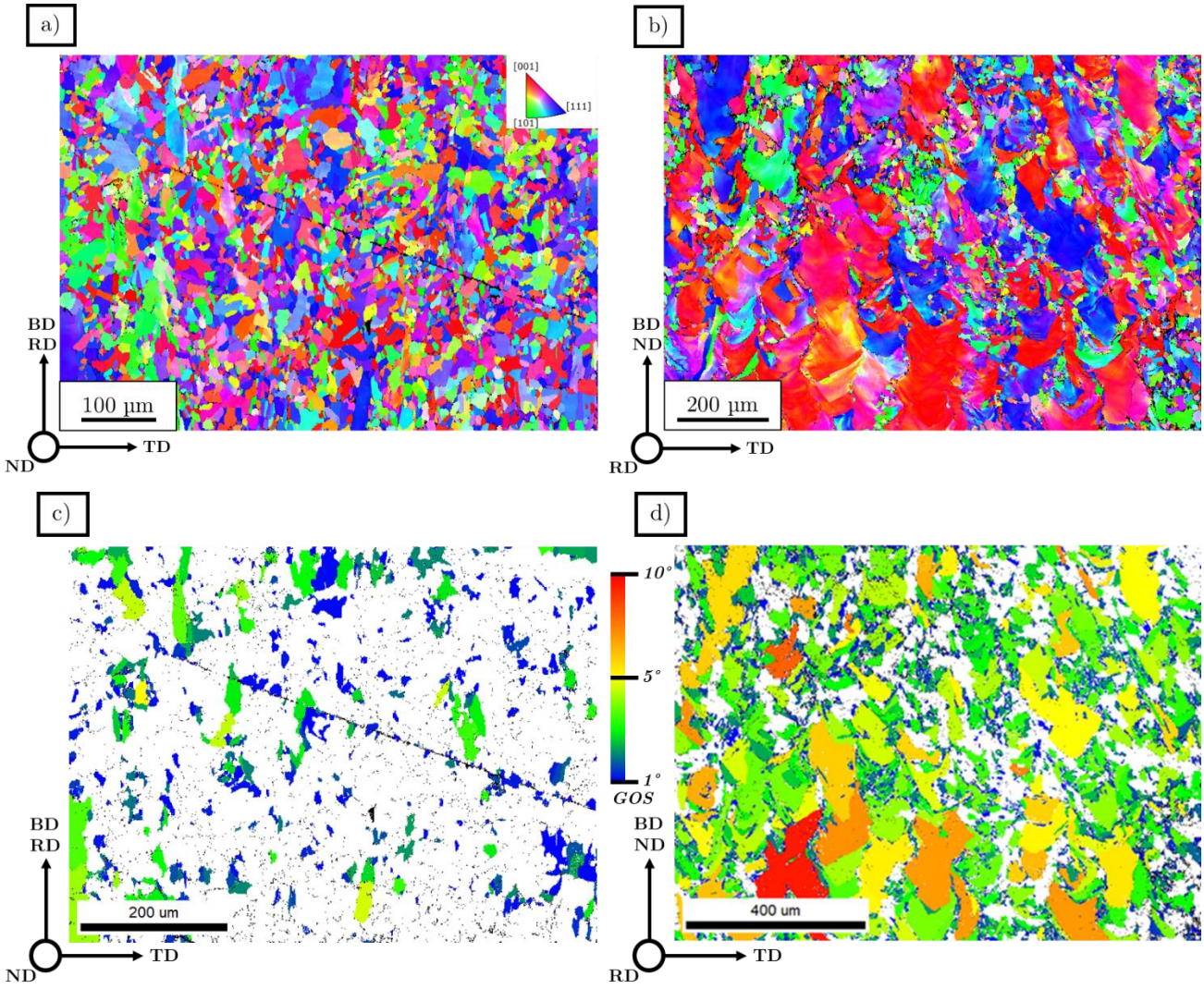


Figure 5.18 - **a)** Cartographie IPF selon X = TD (IPF-X) de la section transverse (BD x TD) de **SSV_L20_T900**.
b) Cartographie IPF selon Z = TD (IPF-Z) de la section transverse (BD x TD) de **SSH_L20_T900**.
c) Cartographie de GOS de la section transverse (BD x TD) de **SSV_L20_T900** – Avant élimination de la rayure.
d) Cartographie de GOS de la section transverse (BD x TD) de **SSH_L20_T900**.

Pour l'acier SLM, la direction de laminage des ébauches a un impact important sur l'avancement de la recristallisation. En effet, la configuration de laminage ***(V)*** permet une recristallisation de près de 80% du matériau alors que la configuration de laminage ***(H)*** n'aboutit qu'à une recristallisation de l'ordre de 30% après un TTH à 900°C pendant 1h.

Cette influence de la direction de laminage sur le taux de recristallisation ne transparaît pas totalement pour l'acier Praxair car les deux taux de recristallisation sont similaires autour de 80% également.

L'origine de ces différences entre directions de laminage sera discutée plus en détail en **5.3.1.3**.

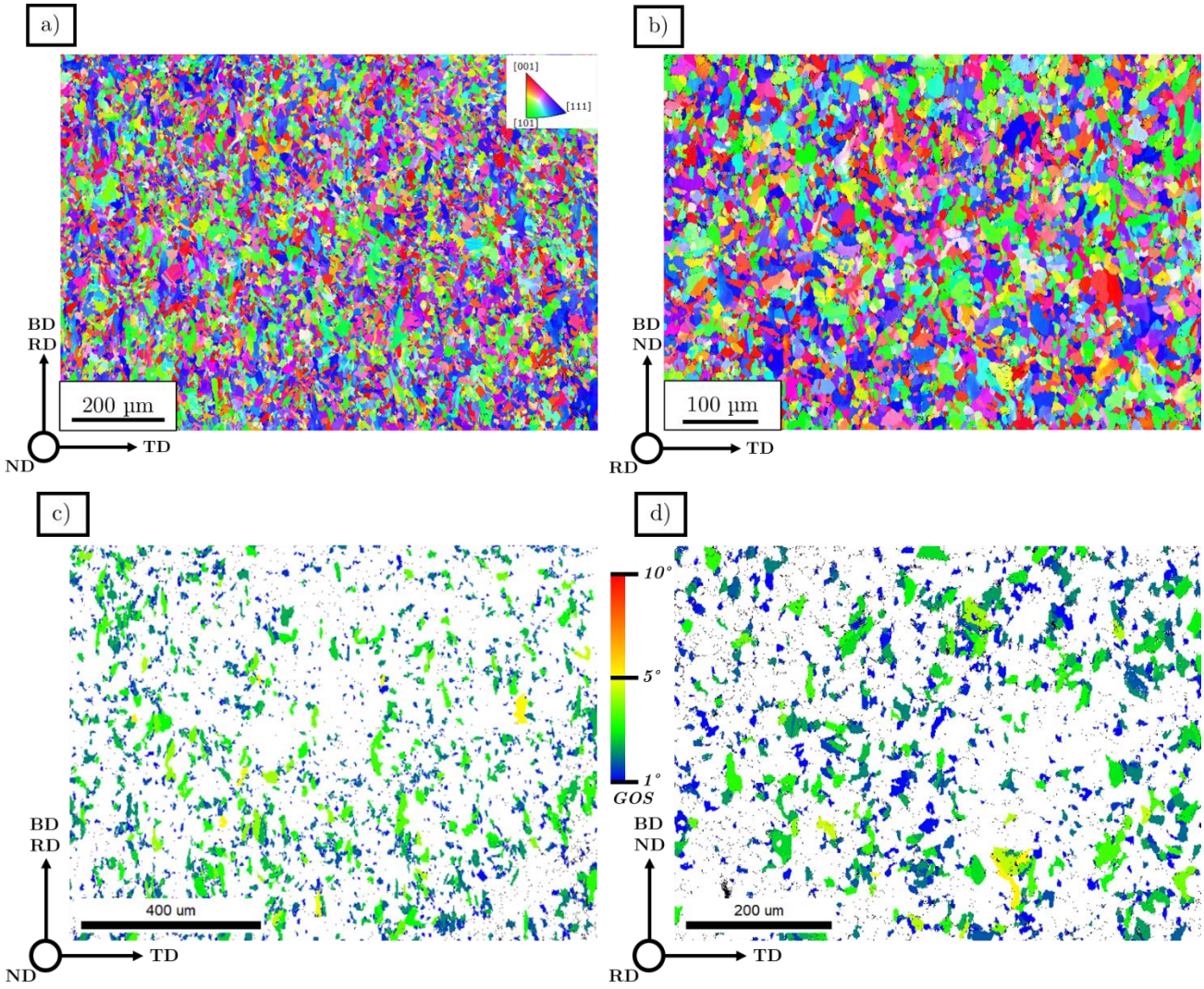


Figure 5.19 - **a)** Cartographie IPF selon X = TD (IPF-X) de la section transverse (BD x TD) de **SPV_L20_T900**.
b) Cartographie IPF selon X = TD (IPF-X) de la section transverse (BD x TD) de **SPH_L20_T900**.
c) Cartographie de GOS de la section transverse (BD x TD) de **SPV_L20_T900**.
d) Cartographie de GOS de la section transverse (BD x TD) de **SPH_L20_T900**.

Enfin, la coalescence des précipités observée précédemment pour le traitement à 1200°C n'est pas observée pour ces configurations, et ce même si la recristallisation a été initiée et est même à un stade avancé pour la plupart des configurations. Cette observation est le signe que le début de la coalescence des précipités est indépendant du début de la recristallisation.

5.3.1.2. Suivi de micro-dureté

Un suivi de micro-dureté a été effectué sur ces configurations. Les résultats sont exposés dans le **Tableau 5.11**.

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut + TTH 900°C	190 ± 4		175 ± 5	
Brut + L20%	313 ± 3	295 ± 4	304 ± 2	282 ± 2
L20% + TTH 900°C	192 ± 2	217 ± 3	175 ± 2	183 ± 2

Tableau 5.11 – Micro-dureté HV_{10} mesurée pour les quatre configurations mentionnées.

Le traitement thermique à 900°C pendant 1h permet tout d'abord de relaxer le matériau par rapport à son état laminé à 20%, d'où la chute de micro-dureté avant et après TTH. Hormis la configuration **SSH_L20_T900** qui n'est recristallisée qu'à 30%, les micro-duretés des autres configurations sont proches de celles mesurées sur les échantillons seulement traités thermiquement. Donc, ce traitement thermique permet d'adoucir le matériau brut de consolidation et le matériau laminé à un même état de contraintes.

La configuration **SSH_L20_T900** possède une micro-dureté supérieure de 20 HV_{10} à la configuration **SSV_L20_T900**. Cette différence provient essentiellement de la différence d'état de recristallisation, qui est plus avancée pour cette dernière configuration.

L'état de recristallisation peut également être la raison pour laquelle le niveau de micro-dureté est légèrement plus élevé pour la configuration **SPH_L20_T900**, 183 ± 2 HV_{10} contre 175 ± 2 HV_{10} pour la configuration **SPV_L20_T900**, car cette configuration montre un taux de recristallisation plus faible de 3%. Cette corrélation, qui reste significative, est toutefois à prendre avec précaution à la vue des intervalles de certitudes pour les calculs de taux de recristallisation exposés dans le **Tableau 5.10**.

5.3.1.3. Hypothèses possibles pour expliquer l'influence ou non de la direction de laminage

Plusieurs hypothèses peuvent être formulées pour expliquer les différences mentionnées en **5.3.1.1** : la configuration de laminage a un impact sur l'état de recristallisation de l'acier SLM laminé à 20% puis traité à 900°C/1h. Cet impact est quasi inexistant pour l'acier Praxair laminé à 20%.

Deux hypothèses peuvent être envisagées à partir des mécanismes de germination de grains recristallisés :

- Rôle important des macles mécaniques : les macles mécaniques peuvent jouer le même rôle que les joints de grains ou les microbandes de cisaillement comme sites préférentiels de germination [223]. En effet, ces joints de macles constituent des zones de micro-hétérogénéités de déformation qui peuvent constituer des gradients locaux d'énergie emmagasinés. Par ailleurs, les macles mécaniques sont identifiées comme initiatrices de grains recristallisés dans certains alliages comme les alliages de magnésium [224–227]. Dès lors, si les macles mécaniques sont à l'origine de la création de germes de recristallisation, ces macles peuvent constituer des sites de nucléation supplémentaires de grains recristallisés. Donc une densité surfacique de grains maclés plus élevée dans l'état écroui à 20% impliquerait une densité de germes plus élevée, et donc potentiellement une recristallisation favorisée.

En reprenant les taux surfaciques de grains maclés exposés au **Tableau 4.6**, la configuration **SSV_L20** montre un taux de 40%, près de deux fois plus élevé que la configuration **SSH_L20**, à 22%. De plus, les deux configurations **SPV_L20** et **SPH_L20** présentent des taux surfaciques équivalents de l'ordre de 36-38%. Par conséquent, une forte corrélation peut être dressée entre les taux surfaciques de grains maclés sur les microstructures laminées et les taux de recristallisation des microstructures laminées après TTH à 900°C/1h. Cette corrélation peut indiquer que les macles mécaniques constituent des sites prépondérants de germination de grains recristallisés pour les deux aciers SLM et Praxair après laminage à froid.

- Mécanisme de migration induite (Strain Induced Boundary Migration = SIBM) : dans le cadre de ses travaux, De Sonis pointe particulièrement le rôle des joints de grains à faible désorientation (LAGB) dans la germination des grains recristallisés pour expliquer les différences de cinétique de recristallisation entre les aciers SLM et Praxair, en particulier la différence dans l'activation de la recristallisation. En effet, l'acier Praxair contient une densité surfacique de LAGB plus faible que l'acier SLM dans leur état brut (cf. **Figure 3.9**). De fait, les gradients locaux d'énergie stockée de part et d'autre d'un joint de grains sont plus importants dans l'acier SLM du fait de la présence accrue de LAGB.

Pour mettre en lumière d'éventuelles corrélations, les densités surfaciques des joints de type LAGB ont été déterminées sur les cartographies EBSD réalisées sur les aciers SLM et Praxair laminés à froid à 20%. Les résultats sont présentés dans le **Tableau 5.12**.

Densité (10^5 m/m²)	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Laminé à 20%	5,10	5,35	7,5	14

Densité surfacique de joints calculée sur le logiciel OIM

Tableau 5.12 – Densités surfaciques des joints de type LAGB pour les aciers SLM et Praxair laminés à 20%.

Les densités surfaciques de LAGB sont équivalentes entre les deux configurations de laminage de l'acier SLM. Mais elle double entre les deux configurations de laminage pour l'acier Praxair. Donc, les densités surfaciques de LAGB ne semblent pas être corrélées avec les taux de recristallisation, ce qui impliquerait que le mécanisme SIBM n'est pas à l'origine de la formation des germes des grains recristallisés.

Ces corrélations tendent à montrer que la présence plus importante de macles mécaniques dans la microstructure avant traitement thermique encourage la nucléation des grains recristallisés et donc le début de la recristallisation.

Contrairement aux aciers à l'état brut, le mécanisme SIBM ne semble pas être à l'origine de l'initiation de la recristallisation.

5.3.2. Traitement thermique à 1200°C sur les aciers SLM et Praxair laminés

Les aciers SLM et Praxair laminés à 20% ont également été testés lors d'un traitement thermique à 1200°C pour juger d'un éventuel affinement de grains après ce traitement thermomécanique.

5.3.2.1. Traitement thermique à 1200°C pendant 1h

Le traitement thermique à 1200°C pendant 1h de ces microstructures écrouies (cf. **Figure 5.20**) aboutit à une recristallisation totale avec un taux de recristallisation calculé à partir du GOS avoisinant 98%.

Un affinement de grains est observé par rapport aux tailles de grains des aciers SLM et Praxair bruts de consolidation, comme le montre les résultats exposés dans le **Tableau 5.13**. Les grains obtenus sont équiaxes d'après le rapport d'aspect moyen, morphologie attendue pour un matériau recristallisé.

Pour rappel, la succession des étapes de déformation à froid / traitement thermique a fréquemment été étudiée pour les aciers 316L conventionnels pour obtenir un affinement de grains conséquent par réversion en austénite de la martensite formée sous contrainte par la déformation intense à froid [165,173]. Dans cette étude, le taux de laminage de 20% d'une ébauche brute ne permet pas d'obtenir la formation de cette martensite. Ces affinements de grain ne sont donc pas dus à la réversion de la phase martensitique en phase austénitique mais à la multiplication des germes de recristallisation à cause de l'énergie stockée suite à la déformation à froid.

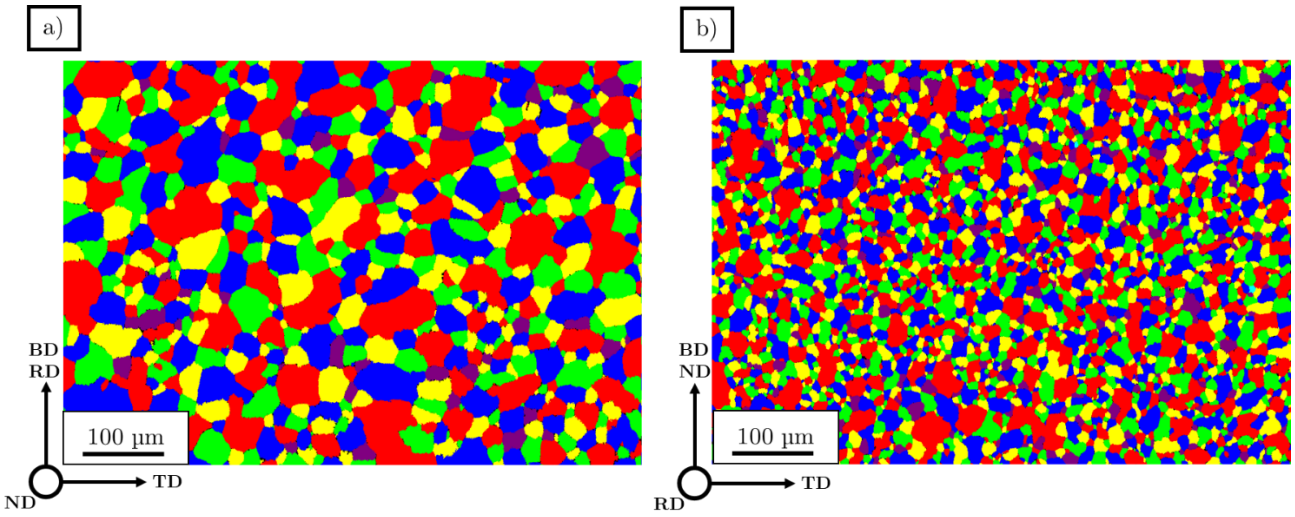


Figure 5.20 - **a)** Cartographie de grains de l'échantillon **SSH_L20** traité à 1200°C pendant 1h. **b)** Cartographie de grains de l'échantillon **SPH_L20** traité à 1200°C pendant 1h.

Acier (L20_T1200_1h)	**Taille moyenne (µm)**		**Rapport d'aspect**		**Indice de texture**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
SLM	33,2 ± 0,5	36,5 ± 0,5	0,64 ± 0,01	0,68 ± 0,01	1,61	1,59
Praxair	18,1 ± 0,5	18,5 ± 0,5	0,65 ± 0,01	0,66 ± 0,01	1,14	1,20

Taille moyenne de grains en pondération surfacique. Rapport d'aspect = l/L.

Tableau 5.13 - Résumé des caractéristiques des microstructures SLM et Praxair laminées à 20% puis traitées thermiquement à 1200°C pendant 1h.

Par ailleurs, l'orientation du laminage sur les ébauches brutes de fabrication n'a pas d'influence sur les caractéristiques granulaires de la microstructure avec des tailles moyennes et des rapports d'aspect moyens comparables.

Aucune texture n'est observée pour l'ensemble des configurations étudiées. Pourtant, la recristallisation des métaux CFC après laminage à froid conduit en général à une texture cubique avec la majorité des nouveaux grains ayant des orientations voisines de $\{001\}\langle100\rangle$ par rapport au plan et à la direction de laminage [223]. Cet effet est cependant observé pour la recristallisation de microstructures fortement déformées, ce qui n'est pas le cas ici.

La coalescence des précipités affecte avec la grande majorité des précipités situés aux joints de grains. La différence de nature des précipités reste la même que pour les microstructures brutes recristallisées, à savoir de type rhodonite pour l'acier SLM et de type spinelle pour l'acier Praxair.

Enfin un suivi de micro-dureté a été effectué pour les échantillons étudiés dans cette sous-section (cf. **Tableau 5.14**). Il ressort que les valeurs de micro-duretés des configurations étudiées ici sont légèrement plus élevées que les micro-duretés relevées pour les microstructures brutes traitées à 1200°C pendant 1h. Cette différence peut être une conséquence de l'affinement de grains observé. D'après la loi de Hall-Petch, la présence de grains plus petits induirait une augmentation de la micro-dureté.

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
Brut traité à 1200°C	154 ± 2		132 ± 3	
L20% + TTH 1200°C	149 ± 2	168 ± 2	137 ± 1	141 ± 1

Tableau 5.14 - Micro-dureté HV_{10} mesurée pour les aciers SLM et Praxair écrouis à 20% puis traités à 1200°C pendant 1h.

Dans cette étude, l'acier SLM laminé à 20% puis recristallisé présente des valeurs de micro-dureté supérieures par rapport à l'acier Praxair. Par conséquent, les différences de taille des grains entre les deux microstructures ne peuvent expliquer les valeurs de micro-dureté. D'autres facteurs comme l'hypothèse mentionnée précédemment de la présence d'éléments durcissants peuvent expliquer ces différences.

5.3.2.2. Évolution des microstructures pour un temps de maintien plus élevé : 3h

Afin d'évaluer le grossissement éventuel des grains des différentes microstructures pour une exposition prolongée à haute température, un traitement thermique à 1200°C pendant 3h a été effectué sur deux échantillons de configuration : **SSH_L20** et **SPH_L20**. La taille des grains recristallisés est drastiquement différente entre les deux aciers, qui ont subi le même traitement thermomécanique, comme le montre les **Figure 5.21** et **Tableau 5.15**.

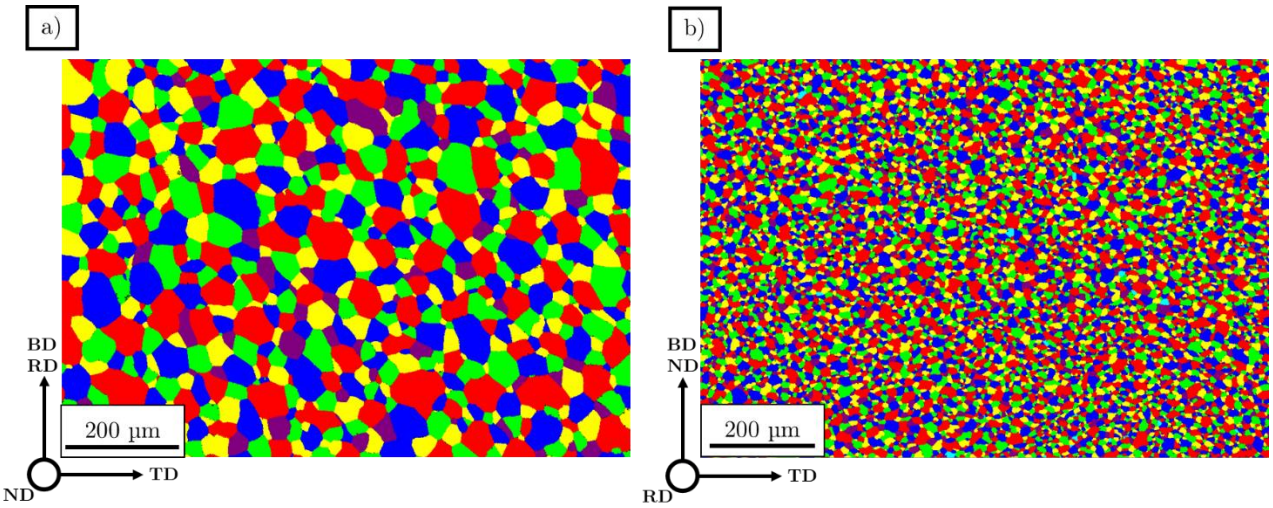


Figure 5.21 - **a)** Cartographie de grains de l'échantillon **SSH_L20** traité à 1200°C pendant 3h. **b)** Cartographie de grains de l'échantillon **SPH_L20** traité à 1200°C pendant 3h.

Acier (L20_T1200_3h) Direction de laminage (RD⊥BD)	**Taille moyenne (µm)**	**Rapport d'aspect**	**Indice de texture**
SLM	46,6 ± 0,5	0,69 ± 0,01	1,85
Praxair	16,5 ± 0,5	0,65 ± 0,01	1,06

Taille moyenne de grains en pondération surfacique. Rapport d'aspect = l/L.

Tableau 5.15 - Résumé des caractéristiques des microstructures SLM et Praxair laminées à 20% puis traitées thermiquement à 1200°C pendant 3h.

Tout d'abord la morphologie des grains recristallisés reste équiaxe. L'acier SLM présente une très légère texture de recristallisation ⟨110⟩ selon *BD* avec un indice de texture de 1,85. L'acier Praxair reste quant à lui vierge de toute texture.

En comparant les tailles moyennes de grains avec celles exposées précédemment pour un TTH à 1200°C pendant 1h, il apparaît que l'acier SLM présente un grossissement de grains important avec une taille moyenne augmentée de près de 30%. La comparaison des distributions de taille de grains en **Figure 5.22** indique qu'il s'agit d'un grossissement touchant tous les grains et non focalisé sur certains grains seulement. Ce comportement est « classique » pour un acier 316L conventionnel comme l'ont montré Kheiri et al. [194].

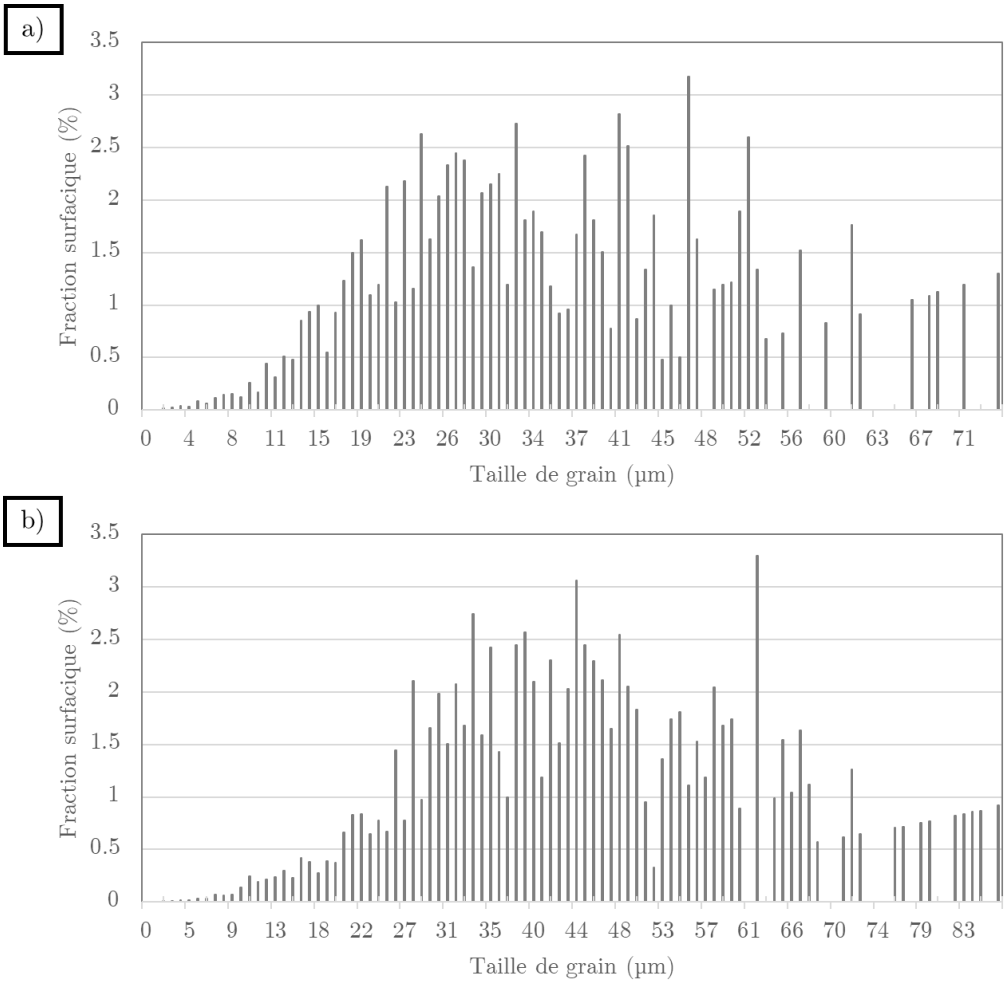


Figure 5.22 – **a)** Distribution en pondération surfacique de la taille de grain de l'échantillon **SSH_L20** traité à 1200°C pendant 1h.
b) Distribution en pondération surfacique de la taille de grain de l'échantillon **SSH_L20** traité à 1200°C pendant 3h.

La taille et la morphologie des grains de recristallisation primaire de l'acier Praxair laminé à 20% entre un temps de maintien de 1h et un temps de 3h restent inchangées. Cette tendance est confirmée par un essai de traitement thermique de 5h sur une ébauche de type **SPH_L20**. Cette observation démontre la stabilité des grains de recristallisation primaire à cette température, qui ne sont pas sujets au grossissement contrairement à l'acier SLM.

Du point de vue de la précipitation, une présence persistante des précipités de phase rhodonite riches en silicium, manganèse et oxygène dans l'acier SLM est observée. Ces précipités restent les seuls précipités présents sur cette microstructure, signe que la transition rhodonite vers spinelle est bloquée dans le cas de cet acier. Comme explicité dans **5.1.4.3**, l'hypothèse avancée pour expliquer ce blocage est l'enrichissement en silicium de ces précipités par diffusion suite à la recristallisation de la microstructure SLM. Cette phase métastable présente alors une stabilité accrue.

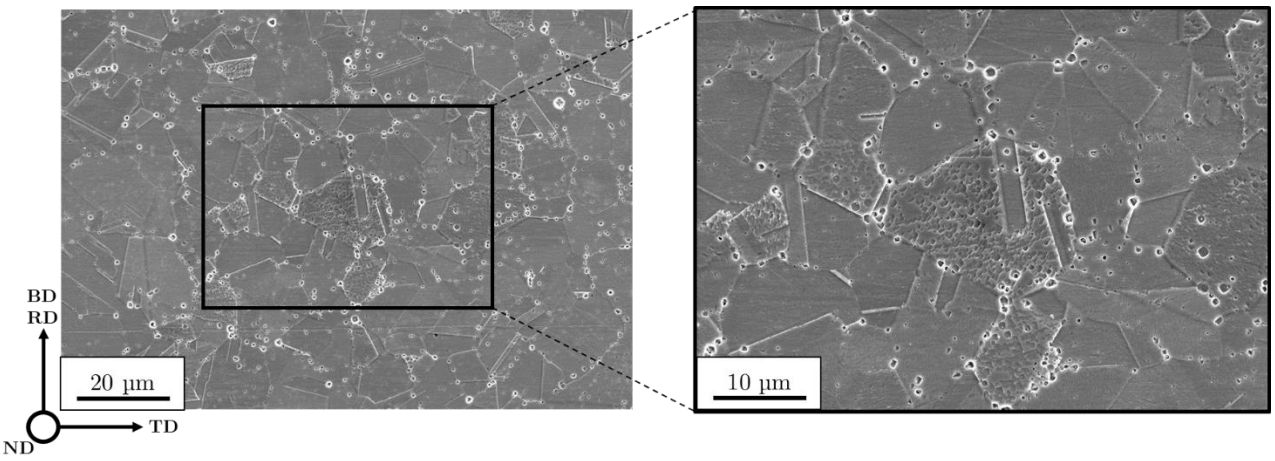


Figure 5.23 - Images MEB-SE d'une microstructure Praxair laminée à 20% puis traitée à 1200°C pendant 3h – **SPH_L20_T1200_3h**.

Pour l'acier Praxair, les précipités sont toujours de structure spinelle, de morphologie prismatique et riches en chrome, manganèse et oxygène. Comme le montre la **Figure 5.23**, la grande majorité des précipités est située aux joints de grains. Cette présence ne permet pas pour autant d'expliquer la stabilité des grains recristallisés de cet acier car, si un bon nombre de joints de grains semble épinglé par ces précipités, certains ne le sont pas.

Cette stabilité serait plutôt due à une faible mobilité des joints de grains ou une faible force par unité d'aire de joint, pour cette configuration particulièrement en tout cas. En effet, la vitesse de migration v d'un joint peut s'écrire sous la forme : $v = M \times F$, où M est la mobilité du joint et F la force par unité d'aire du joint en question [223].

À la suite de ces travaux, des essais de traitement thermique de l'acier Praxair non écroui à 1200°C pour des temps de maintien allant de 3h à 5h peuvent s'avérer utiles. Ces expériences pourront permettre d'évaluer si cette stabilité des grains recristallisés est le fruit des effets du laminage à froid sur la microstructure Praxair, ou plus simplement une particularité de cette microstructure, auquel cas une analyse plus fine de la mobilité des joints de grains pourrait être intéressante.

Enfin, la **Figure 5.23** soulève un autre point intéressant de la microstructure Praxair. En effet, il avait été remarqué dans le chapitre **2** que les deux aciers SLM et Praxair sont attaqués différemment par l'acide oxalique. Mais cette différence de réactivité chimique vis-à-vis de l'acide oxalique est également observée sur les microstructures SLM et Praxair complètement recristallisées. L'acier Praxair est attaqué de manière beaucoup plus rapide que l'acier SLM. Le maintien de cette différence de réactivité montre que les deux aciers pourraient avoir un comportement en corrosion différent dans leur état brut de solidification, mais également après recristallisation totale du matériau.

La composition chimique des deux aciers reste constante au niveau macroscopique entre les états bruts de fabrication et les états recristallisés. Les différences de composition chimique entre les deux aciers pourraient alors avoir une influence sur les différences de réactivité chimique observées.

5.3.2.3. Croissance anormale pour l'acier Praxair laminé 20% puis traité à 1200°C

La stabilité des grains de recristallisation primaire pour l'acier Praxair laminé à 20% puis traité à 1200°C est nuancée par la présence de grains à croissance anormale dans la microstructure.

Ces grains sont visibles sur les microstructures traitées à 1200°C pendant 3h comme le montre les cartographies en **Figure 5.24**. Ils n'ont pas été observés sur les microstructures traitées à 1200°C pour une durée de maintien de 1h. Le grain à croissance anormale observé sur les cartographies a une taille dépassant les 500 µm de longueur et a sa direction ⟨110⟩ plutôt orientée selon *RD* et sa direction ⟨111⟩ plutôt selon *TD*, d'après les figures de pôles inverses. Cette croissance anormale est de nouveau observée sur la microstructure traitée à 1200°C pendant 5h comme présentée en **Figure 5.25 b)**. Les grains anormaux observés sont alors plus fréquents et de taille plus importante que pour un temps de maintien de 3h.

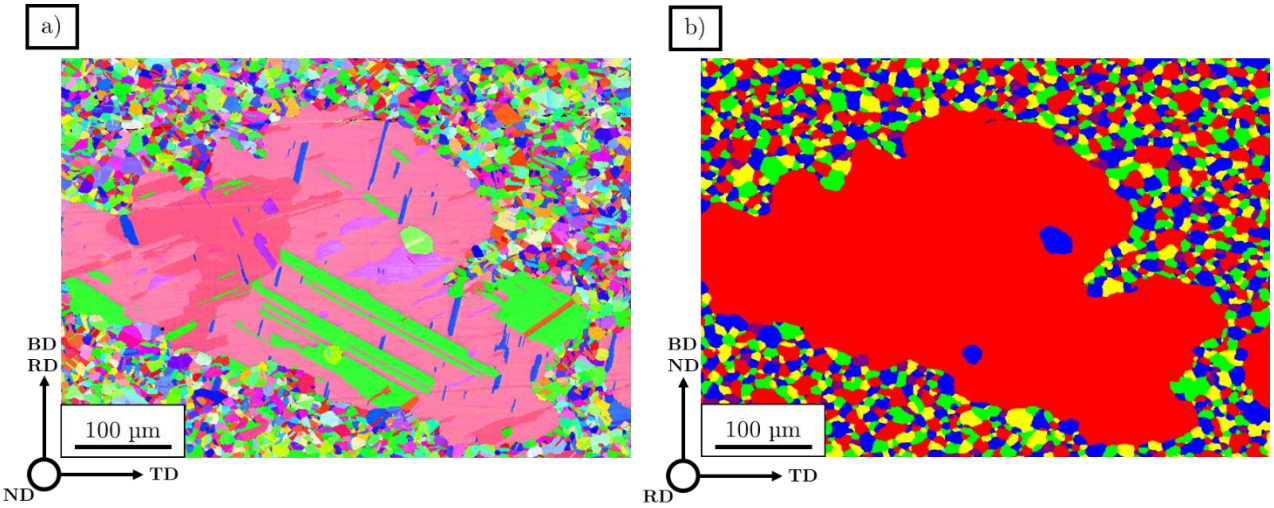


Figure 5.24 - **a)** Cartographie IPF selon Y = ND (IPF-Y) de la section transverse (BD x TD) de **SPH_L20_T1200_3h**.
b) Cartographie de grains correspondante.

Aota et al. [168] ont observé l'apparition de grains à croissance anormale sur des microstructures 316L L-PBF déformées à 63% puis traitées thermiquement à 1150°C pendant 15 minutes. Ils attribuent la germination de ce type de grains à la présence initiale, dans la microstructure laminée, de bandes de cisaillement qui augmentent localement l'énergie stockée et cassent les précipités. Dès lors, l'augmentation locale de l'énergie stockée encourage la formation des germes et la croissance du grain alors que la réduction de taille des précipités limite l'ancrage des joints de grains par effet Zener et favorise donc la croissance. Pour appuyer cette explication, ils ont observé certaines zones, dans les grains anormaux, dans lesquelles la densité de précipités est réduite, et qui peuvent constituer des zones de germination de grains à croissance anormale.

Plusieurs de leurs observations et hypothèses ne sont pas concordantes avec le cas de figure présenté ici.

Tout d'abord, les bandes de cisaillement n'apparaissent dans les matériaux de structure cubique qu'à partir d'une déformation vraie de 1,0 [228], comme cela est le cas dans la publication d'Aota et al. [168]. Or, dans le cadre de cette étude, le taux de réduction d'épaisseur est de 20%, ce qui correspond à une déformation vraie de seulement 0,22. Et d'après Humphreys et Hatherly [228], il faut au moins une déformation vraie supérieure à 0,3 pour déclencher l'apparition de microbandes de cisaillement. Même si les matériaux issus du procédé L-PBF sont précontraints et pourraient développer l'apparition de ces microbandes de manière plus précoces en déformation, il apparaît

difficile, d'après les critères énoncés précédemment, d'obtenir des bandes de cisaillement à un taux de laminage aussi faible que celui de cette étude.

Ensuite, ils mentionnent que la texture ⟨110⟩ selon *ND* est très majoritaire pour les grains anormaux observés. Cette texture est plutôt proche de la direction de laminage *RD* dans cette étude.

Par ailleurs, comme le montre la **Figure 5.25 a)**, l'ancien réseau des grains recristallisés peut être observé grâce aux précipités restant en place dans la matrice. Cette observation tend à montrer deux éléments :

- L'absence de zones pauvres en précipités ne permet pas de conclure sur la présence d'une zone d'amorce pour cette croissance anormale. Cette zone pourrait être cependant hors du plan d'observation.
- La croissance de ce grain anormal intervient après la recristallisation totale du matériau. Or, aucun grain anormal n'a été observé sur les échantillons Praxair laminés et traités à 1200°C pendant 1h. Donc, l'initiation de cette croissance anormale interviendrait après la recristallisation complète de la microstructure. Si une bande de cisaillement est bien à l'origine de cette croissance, il faudrait alors qu'elle soit stable jusqu'à la fin de la recristallisation primaire du matériau, ce qui paraît assez improbable du fait que ces bandes sont très énergétiques et qu'elles forment des sites privilégiés de nucléation de grains recristallisés.

Ce dernier point peut être nuancé par une autre approche permettant d'expliquer l'absence de grains anormaux observés sur les échantillons Praxair laminés puis traités à 1200°C pendant 1h.

Du fait du faible niveau de déformation, la densité de bandes de cisaillement serait dans tous les cas extrêmement faible. Dès lors, la probabilité de trouver un grain anormal sur la section de l'échantillon analysé devrait être très faible également lors des premiers stades de la recristallisation.

Cette probabilité augmente avec le grossissement des grains anormaux, jusqu'à qu'ils soient visibles pour un temps de maintien plus élevé, ici 3h. Les grains anormaux, qui étaient hors du plan d'observation sur l'échantillon traité pendant 1h, ont alors une taille suffisante pour pouvoir être visible sur une coupe métallographique de 15 x 15 mm^2.

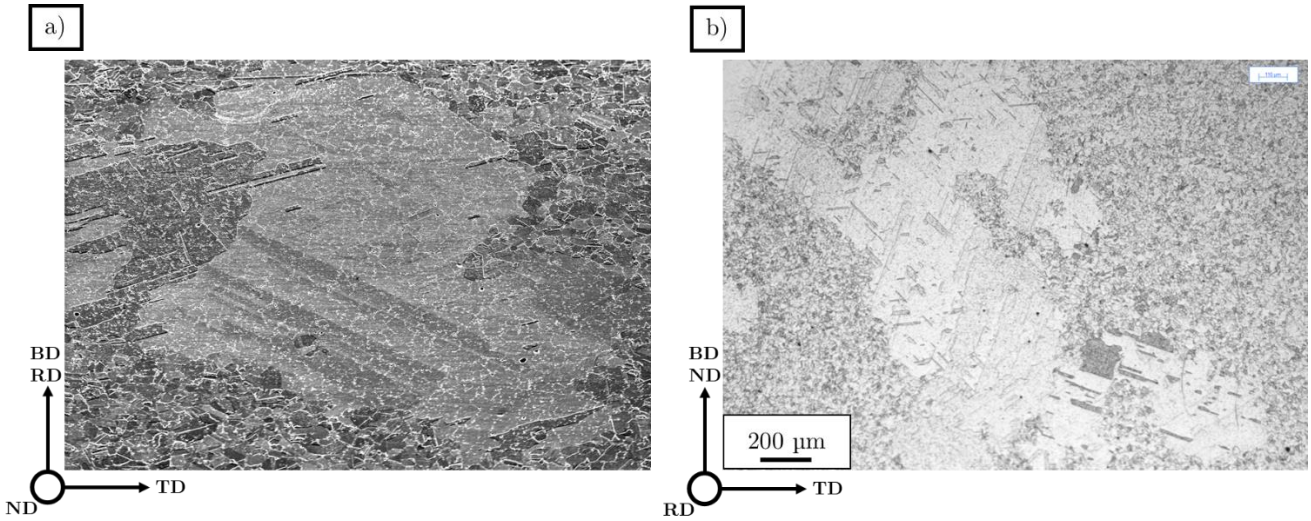
Cette croissance anormale n'est d'ailleurs pas observée sur l'acier SLM.

La cause de la croissance anormale peut être multifactorielle [229]. Outre la présence éventuelle de bandes de cisaillement, plusieurs facteurs peuvent être évoqués :

- Un effet de la déformation à froid qui modifie très localement les gradients de désorientation, signe d'une énergie stockée potentiellement plus importante.
- Un effet de la précipitation. Pour l'acier Praxair, l'effet d'épinglage de Zener serait insuffisant pour épingler les joints des germes de grains à croissance anormale. Pour rappel, il a été observé que tous les joints de grain ne sont pas nécessairement épinglés (cf. **Figure 5.23**).
- Un effet de texture avec des textures cristallographiques qui favorisent la croissance des grains. Ce facteur semble peu probable dans ce cas vu que la microstructure, même dans son état brut, est isotrope d'un point de vue cristallographique.

Dans tous les cas, la présence de ces grains à croissance anormale limite l'intérêt de la stabilité des grains issus de la recristallisation primaire de l'acier Praxair écroui. En effet, la microstructure Praxair écroui à 20% puis traitée thermiquement à 1200°C pendant 3h est hétérogène, ce qui peut induire des hétérogénéités dans les propriétés mécaniques, notamment en rupture. Limiter dès lors ce

traitement thermique à 1h seulement permet d'obtenir l'affinement de grain voulu en limitant l'effet de la croissance anormale.



*L'image **a)** a été prise avec une inclinaison de la platine MEB de 50° pour avoir une vue plus rasante de l'échantillon pour mieux observer la topographie après attaque électrolytique, d'où l'absence d'échelle. Un comparatif rapide avec les cartographies en Figure 5.25 permet de mieux apprécier les dimensions.*

Figure 5.25 - **a)** Image MEB-SE du grain anormal analysé par EBSD en **Figure 5.24**.
b) Micrographie optique de plusieurs grains anormaux observés sur un échantillon **SPH_L20** traité à 1200°C pendant 5h.

Pour étudier plus en détail ce phénomène, plusieurs expériences peuvent être envisagées :

- Le traitement thermique à 1200°C pendant 3h et 5h de la microstructure Praxair brute de fabrication pour évaluer l'importance du laminage, et plus généralement de la déformation à froid.
- Une analyse par Microscopie Électronique en Transmission pour confirmer ou non la présence de bandes ou de microbandes de cisaillement. La croissance anormale étant un phénomène assez localisé, il faudrait alors multiplier les essais pour réussir à observer une zone contenant ces bandes.
- Une étude de la texture des grains anormaux observés pour déterminer une influence éventuelle de la texture cristalline. Cette étude doit porter sur un nombre suffisant de grains à croissance anormale afin d'obtenir une tendance statistique quant à cette texture.

5.4. Bilan du chapitre 5

Ce chapitre s'est avant tout focalisé sur les effets d'un traitement thermique sur les propriétés des aciers SLM et Praxair avant ou après l'étape de laminage à froid. Pour ce faire, deux traitements ont été retenus :

- 900°C pendant 1h pour relaxer les aciers L-PBF et éliminer les sous-structures cellulaires ;
- 1200°C pendant 1h pour recristalliser complètement les aciers.

La température de 1200°C est nécessaire pour la recristallisation complète de l'acier Praxair, qui reste stable pour un traitement thermique à 1100°C pendant 3h. L'acier SLM peut quant à lui recristalliser dès 1100°C. Dès lors, les critères de recristallisation de ces deux aciers L-PBF de nuance 316L diffèrent.

Tout d'abord, le traitement thermique à 900°C pendant 1h sur les microstructures brutes de fabrication conduit à une homogénéisation chimique de la matrice, marquée par les disparitions de la sous-structure cellulaire et des joints de bains de fusion, et à une relaxation du matériau. Ces effets sont équivalents pour les microstructures Praxair et SLM.

Une étude préliminaire portant sur le laminage à froid à 20% d'une ébauche SLM de dimensions 60 x 20 x 15 mm^3 traitée à 900°C montre que les propriétés microstructurales (taille/morphologie des grains et texture cristallographique) et mécaniques (traction) sont similaires à celles d'une ébauche SLM brute laminée dans la même configuration à 10%. Cette comparaison est confirmée dans une certaine mesure par l'analyse microstructurale et de micro-dureté des ébauches SLM de dimensions 150 x 60 x 25 mm^3 traitées à 900°C puis laminées à 20%. Dès lors, les contraintes internes de l'acier 316L L-PBF et/ou la sous-structure cellulaire sont équivalentes à une déformation par laminage à froid de 10%. Ces observations restent valables, dans une moindre mesure, pour l'acier Praxair pour lequel les propriétés des ébauches traitées à 900°C puis laminées à 20% sont entre celles des ébauches brutes laminées à 10% et 20%. Cette différence est certainement due à la présence de contraintes internes supplémentaires dans l'acier SLM, ce qui rend la différence entre les états brut et relaxé plus importante.

Les essais de traction dans l'étude préliminaire ont par ailleurs montré que ce traitement thermique permet d'augmenter la ductilité et la capacité de déformation des aciers 316L consolidés par L-PBF, tout en gardant les spécificités granulaire et texturale des microstructures L-PBF.

Ensuite, les comportements des deux aciers bruts SLM et Praxair vis-à-vis d'un traitement de recristallisation à 1200°C pendant 1h possèdent des points de divergences. Il convient tout d'abord de mentionner que les distributions de taille de grains dans les microstructures totalement recristallisées SLM et Praxair sont comparables. Toutefois, les caractéristiques des précipités présents dans les deux aciers recristallisés sont différentes : de forme sphérique et riches en silicium ($SiMnO_3$ et SiO_2) pour l'acier SLM et de forme prismatique de composition $MnCr_2O_4$ pour l'acier Praxair. Cette différence peut être expliquée par l'absence de recristallisation de l'acier Praxair pour des températures élevées, inférieures ou égales à 1100°C par exemple. Comme mentionné dans la littérature, la recristallisation favorise la diffusion des éléments chimiques le long de joints de grains, en particulier le silicium. L'augmentation de la concentration locale en Si inhibe la transition de phase de ces précipités, d'où le maintien de ces précipités riches en silicium dans l'acier SLM. Pour l'acier Praxair, la transition de

phase des précipités s'effectue avant le début de la recristallisation. Cette observation est confirmée par la présence de précipités prismatiques dans une microstructure Praxair traitée à 1200°C pendant 1h recristallisée à moins de 10%.

Le suivi de micro-dureté montre une relaxation et un adoucissement des aciers étudiés après un traitement thermique de recristallisation. Cependant, la différence de micro-dureté entre les aciers SLM et Praxair dans leur état brut est constante, même après un traitement thermique de recristallisation. Le maintien de cet écart indique que la différence de micro-dureté initiale est due en partie à la présence d'éléments durcissants dans la matrice, vu que ce TTH élimine toutes les dislocations ou les contraintes internes héritées du procédé L-PBF. L'azote pourrait être un de ces éléments parce qu'il est connu pour durcir les matrices CFC et qu'il est présent en plus grande quantité dans l'acier SLM.

Enfin, le laminage à froid à 20% des aciers SLM et Praxair modifie les propriétés de ces aciers lors des TTH.

Tout d'abord, la température de début de recristallisation est abaissée en-dessous de 900°C pour les deux aciers avec des taux de recristallisation compris entre 30 et 80% selon les configurations. Une corrélation a été observée entre le taux surfacique de grains maclés sur les microstructures laminées et le taux de recristallisation de ces microstructures après un TTH à 900°C pendant 1h. En effet, les configurations ayant un taux surfacique de grains maclés élevé sont celles ayant les taux de recristallisation les plus importants : la configuration **SSH_L20** a un taux surfacique de grains maclés de 22% et un taux de recristallisation de 32% alors que la configuration **SSV_L20** affiche des taux respectifs de 40% et 82%. Dès lors, il peut être supposé que la recristallisation de ces matériaux déformés est initiée au niveau des macles mécaniques.

Le traitement de ces aciers écrouis à 1200°C pendant 1h montre un affinement de grains important par rapport à l'état brut, en particulier pour l'acier SLM. Donc, la succession Déformation/TTH permet d'avoir la même évolution microstructurale que pour l'acier 316L conventionnel. La prolongation de ce TTH à 1200°C à une durée de 3h montre une stabilité des grains de première recristallisation de l'acier Praxair qui n'est pas observée dans l'acier SLM. En effet, cette dernière est sujette à un grossissement de grains, qui est un comportement « classique » dans le traitement thermique à haute température des aciers 316L conventionnels. Pour déterminer s'il s'agit d'un effet de la microstructure de départ ou des microstructures déformées, des essais similaires sur des ébauches SLM et Praxair brutes de fabrication peuvent apporter des éléments de réponse quant aux origines de cette stabilité.

Des grains à croissance anormale ont été observés dans les microstructures Praxair laminées à 20% puis traitées thermiquement à 1200°C pendant 3h. Cette tendance est confirmée et même amplifiée pour un temps de maintien de 5h. Mais ils n'ont pas été observés sur les échantillons traités pendant 1h. Ces grains sont par contre absents des microstructures SLM. En comparant ces résultats avec l'état de l'art, une explication probable pourrait être la présence de bandes ou de microbandes de cisaillement dans la microstructure déformée, malgré la faible déformation appliquée sur les ébauches de cette thèse.

Néanmoins, certaines expériences à la suite de cette thèse peuvent apporter des éléments de réponse :

- L'analyse des microstructures SLM et Praxair brutes traitées à 1200°C à des temps de maintien plus longs ;

- L'analyse MET de microstructures Praxair laminées à 20% pour déterminer éventuellement la présence de bandes de cisaillement ;
- Une analyse microstructurale sur un nombre significatif de grains à croissance anormale qui permettrait de déterminer les propriétés générales de ces grains.

Dans tous les cas, la présence de ces grains anormaux réduit l'intérêt de la stabilité des grains recristallisés de l'acier Praxair écroui. La croissance de ces grains anormaux peut être un élément d'explication de cette stabilité, avec l'épinglage possible des joints de grains ou la faible mobilité de ceux-ci.

L'étude plus large de l'effet de ces traitements thermiques sur les propriétés microstructurales et mécaniques des aciers 316L L-PBF bruts de fabrication ou laminés peut être utile, notamment en ce qui concerne les propriétés en rupture, pour élargir les connaissances sur le comportement de ces aciers pour différents post-traitements.

Comme mentionné dans le bilan du Chapitre **4**, une étude succincte portant sur des taux de déformation plus élevés, jusqu'à 90% de laminage par exemple, permettrait de soulever une modification des caractéristiques microstructurales au cours des TTH de ces aciers par rapport aux nuances conventionnelles.

Conclusion générale et perspectives

Cette thèse a été lancée dans l'optique d'évaluer les potentialités de synergie du procédé L-PBF, et des procédés de fabrication additive métallique de manière générale, avec les nombreux procédés conventionnels de mise en forme. Elle se focalise sur deux aciers de nuance 316L, dénommés SLM et Praxair, consolidés par ce procédé qui ont subi deux procédés post-fabrication : le laminage plan à froid et le traitement thermique. L'acier SLM est considéré comme un acier 316L L-PBF « classique » car il présente des caractéristiques similaires avec la grande majorité des aciers 316L consolidés par L-PBF décrits dans la littérature scientifique. Cette étude a principalement porté sur l'étude des caractéristiques microstructurales, notamment par MEB-EBSD, et sur une étude des propriétés mécaniques, en traction et en micro-dureté, de ces matériaux dans l'état brut de fabrication et après le ou les post-traitements mentionnés.

À partir des données expérimentales recueillies au cours de cette thèse et exposées dans ce manuscrit, plusieurs conclusions et perspectives peuvent être formulées.

- Importance de la poudre initale sur les caractéristiques microstructurales de l'acier consolidé :

Deux poudres ont été étudiées lors de cette thèse, dénommées SLM et Praxair en référence à leurs fournisseurs respectifs. La consolidation de ces deux poudres sur une même machine avec exactement les mêmes paramètres de consolidation (puissance du laser, vitesse de lasage, épaisseur de couche...) aboutit à l'obtention de deux aciers de nuance 316L ayant des caractéristiques microstructurales drastiquement différentes. L'acier SLM présente des grains colonnaires selon la direction de construction *BD*, dont la taille moyenne en pondération surfacique est supérieure à 85 µm. Cette microstructure est également caractérisée par une intense texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD*. Au contraire, l'acier Praxair présente une microstructure fine avec des grains très légèrement colonnaires d'une taille moyenne de l'ordre de 20 µm. La texture $\langle 110 \rangle$ selon *BD*, caractéristique des aciers 316L consolidés par le procédé L-PBF, est présente mais extrêmement faible, permettant de considérer la microstructure comme isotrope d'un point de vue cristallographique.

Ces différences microstructurales, déjà observées par A. Chniouel dans le cadre de ses travaux de thèse, peuvent tirer leur origine des différences de composition chimique des poudres bruts, qui se retrouvent dans les aciers consolidés. En particulier, la faible teneur en azote de l'acier Praxair, liée à l'utilisation d'une atmosphère d'argon lors de l'atomisation, peut être un élément de réponse quant à l'absence, ou du moins la faiblesse, de la croissance épitaxiale lors de la consolidation.

Ces résultats confirment le rôle central des poudres dans les caractéristiques microstructurales des aciers consolidés. Une étude dédiée à l'influence de la composition chimique de la poudre, ici de nuance 316L, sur les caractéristiques des aciers consolidés peut apporter des éléments de réponse par rapport à l'étonnante disparité entre les deux aciers étudiés dans le cadre de cette thèse. Cette étude est menée au CEA à l'heure actuelle dans le cadre de la thèse de William Burge-Catinot (DMN/SRMA/LTMEx).

Plus généralement, ces observations soulèvent la question de la pertinence de la transposition à la fabrication additive de spécifications propres à des nuances d'aciers issues de développements successifs et itératifs réalisés par des procédés de fabrication traditionnels. En effet, l'application d'un procédé avec les mêmes paramètres sur deux matériaux conformes aux spécifications chimiques établies pour la nuance 316L peut aboutir à deux microstructures radicalement différentes. Un travail sur les atmosphères d'atomisation des poudres apparaît alors comme un axe d'intérêt pour instruire les problématiques de répétabilité de ces résultats.

Certains articles [35,80] attribuent les caractéristiques microstructurales singulières de l'acier Praxair à un effet des paramètres procédés utilisés. Il serait également d'intérêt de déterminer s'il est possible d'obtenir une microstructure colonnaire à partir de cette poudre, tout en obtenant des ébauches denses, afin de confirmer le rôle central de la poudre dans l'obtention de ces caractéristiques microstructurales.

- Laminage et déformabilité à froid des aciers 316L L-PBF / Impact de la microstructure initale sur l'évolution microstructurale au cours du laminage :

Pour les ébauches réalisées dans cette thèse, un taux de laminage maximal de 80% a pu être appliqué sans l'apparition de fissures sur les arêtes, signe d'une ductilité et d'une plasticité importante malgré la présence de contraintes internes issues de la consolidation.

Le laminage à froid des deux aciers SLM et Praxair jusqu'à un taux de 20% n'entraîne pas de formation de martensite sous contrainte. La forte ductilité de ces deux matériaux peut être expliquée par l'intense activité de maclage due à la structure CFC et à la faible valeur de SFE.

La différence de microstructure initiale entre les deux aciers SLM et Praxair à l'état brut de consolidation induit une différence d'évolution suite au laminage à froid jusqu'à 20%. L'acier SLM est à la fois sujet à un affinement de grains de près de 30% et à une diminution de 40% de l'intensité de la texture principale $\langle 110 \rangle$ selon *BD*. L'acier Praxair n'est pas affecté par ces deux phénomènes, ce qui démontre la stabilité microstructurale de ce matériau. Dans les deux cas, les taux de déformation sont insuffisants pour aboutir à la formation d'une texture supplémentaire, notamment la texture de fibre α selon la direction de laminage *RD* classique en laminage.

L'orientation de la direction de laminage *RD* par rapport à la direction de construction *BD* n'a pas d'impact significatif sur les évolutions de taille de grains et de texture cristallographique. Elle a par contre une influence sur la morphologie des grains, dont le rapport d'aspect approche 0,5 pour $RD \perp BD$, signe d'une morphologie équiaxe.

La stabilité de l'acier Praxair au cours du laminage à froid jusqu'à 20% présente un intérêt dans une optique de limitation au recours à des traitements thermiques de recristallisation. Des traitements de restauration pourraient alors être suffisants pour limiter les contraintes résiduelles tout en réduisant la déformation des composants et en permettant de respecter les tolérances dimensionnelles au cours de leur mise en forme. Une étude portant sur des taux de déformation plus élevés peut apporter des informations sur la stabilité de la microstructure Praxair dans ces conditions. Outre les propriétés granulaires mentionnées précédemment, une attention particulière peut être portée sur la formation de martensite sous contrainte et la stabilité des sous-structures cellulaires au cours de la déformation, afin de dresser un comparatif complet vis-à-vis de la nuance 316L conventionnelle.

- Rôle de la texture cristallographique sur les propriétés mécaniques en traction des aciers bruts de consolidation :

Les essais de traction uni-axiale sur les ébauches brutes de fabrication ont permis de démontrer des corrélations entre les propriétés microstructurales et les propriétés en traction des aciers SLM et Praxair. Deux directions de traction ont été étudiées : $\parallel BD$ et $\perp BD$.

Si l'acier Praxair ne montre pas d'anisotropie de comportement en traction selon les deux directions de sollicitation, l'acier SLM présente un meilleur allongement à rupture lorsque la direction de traction est $\parallel BD$. La détermination de la contrainte critique de maclage $\sigma_{maclage}$ à l'aide de ces essais de traction a permis de mettre en lumière le rôle important du maclage mécanique dans la déformation plastique de ces matériaux. En particulier, $\sigma_{maclage}$ diminue de 680 MPa à 604 MPa entre les deux directions de traction $\perp BD$ et $\parallel BD$. Le maclage est favorisé pour une direction de traction $\parallel BD$, d'où l'allongement à rupture supérieur de 30%.

Le calcul des facteurs de Schmid pour le maclage en traction pour différentes directions de sollicitation a montré que le maclage est favorisé lorsque la direction $\langle 110 \rangle$ des grains est colinéaire à la direction de sollicitation en traction. Même s'il s'agit d'un paramètre local au niveau du grain, cette observation a permis de déduire que l'anisotropie des propriétés mécaniques de l'acier SLM est essentiellement due à la texture $\langle 110 \rangle$ selon BD, ce qui explique le meilleur allongement à rupture pour une direction de traction selon BD.

La très faible texture cristallographique de l'acier Praxair explique l'isotropie de ses propriétés mécaniques. Les propriétés granulaires anisotropes de la microstructure Praxair ne jouent alors qu'un rôle secondaire.

Cette étude démontre bien l'importance de la texture cristallographique sur les propriétés mécaniques en traction, avec des effets plus marqués que ceux induits par les taille et morphologie de grains. Dès lors, une étude plus approfondie sur le développement des textures cristallographiques dans les aciers consolidés L-PBF en fonction des paramètres de la poudre et de consolidation peut s'avérer être intéressante, en particulier dans l'optique d'un contrôle local de la texture cristallographique dans une pièce soumise à plusieurs sollicitations connues.

- Maclage au cours du laminage plan à froid / Protocole de détermination du variant activé expérimentalement

La déformation à froid par laminage plan induit la formation de multiples macles mécaniques dans les deux aciers étudiés.

Un protocole robuste, utilisant les angles d'Euler extraits de l'analyse EBSD, a été développé pour déterminer de manière précise le variant de maclage activé expérimentalement. Il repose principalement sur le calcul de plusieurs facteurs de Schmid, en traction, en compression et effectif spécifique pour le laminage, pour les différents variants de maclage possibles au sein d'un grain.

La détermination des variants de maclage activés expérimentalement a permis de confirmer l'importance de la composante de compression pour le laminage à froid. Une modification du facteur de Schmid effectif aboutit à un déséquilibre entre les composantes de traction et de compression de l'ordre de 10/90. La prédiction des conditions de maclage à partir des calculs de facteurs de Schmid se heurte néanmoins à plusieurs limites, en particulier au-delà de 10% de laminage.

Cette approche a permis d'expliquer les différences de taux surfacique de grains maclés entre les différentes configurations. Comme expliqué dans le point précédent, la présence d'une texture cristallographique dominante induit une ou plusieurs directions de laminage favorables au maclage. Par conséquent, le contrôle fin de la texture des aciers consolidés par le procédé L-PBF apparaît comme un axe fondamental d'étude pour l'optimisation des matériaux avant déformation à froid car la texture cristallographique sous-tend les propriétés mécaniques en déformation du matériau. De même, la compréhension et la connaissance des sollicitations engendrées par d'autres procédés de déformation comme le martelage ou l'étirage permettront d'extrapoler les résultats de cette étude pour d'autres moyens de mise en forme.

- Impact du laminage à froid sur les propriétés mécaniques des aciers 316L L-PBF / Rôle important des contraintes résiduelles :

Le laminage à froid induit une augmentation de la résistance mécanique, accompagnée d'une réduction importante de l'allongement à rupture par rapport à l'état brut de consolidation.

Du fait de la présence de contraintes résiduelles dans les aciers bruts de consolidation, leur résistance mécanique est plus élevée que celles des aciers 316L conventionnels. La présence de ces contraintes résiduelles explique également l'ampleur de la chute des allongements à rupture qui ne dépassent pas 25% pour un taux de laminage de 20%.

L'étude des propriétés en traction a porté sur différentes directions de traction pour avoir une représentation complète des propriétés mécaniques selon les différents axes d'anisotropie. Elle a permis de démontrer qu'avoir des directions de laminage et de construction colinéaires produit des ébauches ayant de moins bonnes propriétés mécaniques que lorsque ces deux directions sont orthogonales.

Le laminage à froid de la microstructure SLM anisotrope induit un basculement des propriétés mécaniques autour de 10% de laminage : à des taux plus faibles, l'anisotropie des propriétés mécaniques est plutôt régie par la microstructure initiale ; au-delà, elle est plutôt portée par la déformation induite par le laminage.

Dans tous les cas, la faible capacité d'écrouissage des aciers 316L L-PBF bruts de fabrication à cause des contraintes résiduelles provoque une altération plus importante des propriétés mécaniques des ébauches déformées. La rupture de ces matériaux reste ductile comme dans l'état brut, mais une multiplication des zones de rupture mixtes confirme la faible capacité de déformation après laminage.

- Traitement thermique d'homogénéisation à 900°C pendant 1h et laminage à froid :

Un traitement thermique à 900°C avec un temps de maintien d'une heure permet d'homogénéiser la microstructure, d'éliminer les contraintes résiduelles et les sous-structures cellulaires. La structure granulaire reste inchangée.

L'analyse des caractéristiques microstructurales d'ébauches traitées thermiquement puis laminées à 20% montre que les propriétés granulaires, taille moyenne et morphologie des grains, sont équivalentes à celles des microstructures d'ébauches brutes laminées à 10%. La restauration de la capacité d'écrouissage induit par ce traitement thermique permet de diminuer la densité initiale de dislocations dans le matériau. Une déformation plus élevée peut alors être atteinte par le seul glissement de dislocations. L'apparition d'un affinement de grains est ainsi observable à des taux de déformation plus élevés.

L'étude des propriétés en traction d'une ébauche SLM ayant subi ces traitements a permis de confirmer la restauration des capacités d'écrouissage et la similarité des propriétés mécaniques par rapport à une ébauche laminée à un taux de 10%.

L'application d'un traitement thermique d'homogénéisation avant le laminage à froid est donc d'intérêt pour les aciers consolidés par le procédé L-PBF, notamment pour réduire l'effet des contraintes résiduelles et de la sous-structure cellulaire de dislocations en vue d'une mise en forme à froid. Une zone d'ombre subsiste par rapport aux contributions spécifiques de ces deux caractéristiques microstructurales sur les propriétés en laminage des ébauches brutes. L'étude d'un traitement thermique intermédiaire permettant de discriminer leur contribution pourrait apporter une réponse.

- Recristallisation des aciers SLM et Praxair :

Les résultats montrent que les cinétiques de recristallisation sont différentes entre les deux aciers SLM et Praxair. La microstructure Praxair est en particulier stable pour une température de 1100°C jusqu'à un temps de maintien de 5h. Une température de 1200°C appliquée pendant au moins 1h permet d'obtenir sa recristallisation complète.

Il est démontré dans une étude menée par Édouard de Sonis que la stabilité de l'acier Praxair est due à la faible proportion de joints de grains à faible désorientation (LAGB). Cette faible proportion réduit la différence d'énergie stockée de part et d'autre des joints de grains, ce qui peut inhiber la formation des germes de grains recristallisés par le mécanisme SIBM.

Les valeurs de micro-dureté entre les aciers SLM et Praxair montrent que l'acier SLM est plus dur que l'acier Praxair même après un traitement thermique de recristallisation. Si l'acier SLM contient plus de contraintes résiduelles, ces dernières n'expliquent pas entièrement l'écart de micro-dureté de 20 HV_{10} en moyenne entre les deux aciers. Plusieurs hypothèses peuvent être avancées pour expliquer cette différence. La plus probable serait un effet d'éléments chimiques durcissants tels que l'azote dans le cas de l'acier SLM. Une modification des propriétés chimiques des poudres permettrait d'étudier ce phénomène.

- Précipitation et inclusions dans les aciers bruts et traités thermiquement :

À l'état brut, les observations des faciès de rupture ont montré la présence d'inclusions de taille micrométrique de type SiO_2 et $MnCr_2O_4$. Ces inclusions sont issues des particules d'éjectas produites au cours de la consolidation du matériau par L-PBF. Les particules non évacuées par le balayage d'argon se redéposent dans le lit de poudre. Les nodules de surface forment alors après passage du laser les inclusions observées. Ces éjectas sont produits in-situ et le tamisage des poudres ne peut réduire ce phénomène. Une optimisation des paramètres procédés peut amener à une réduction de la quantité d'inclusions présentes dans les microstructures. Celles-ci n'ont néanmoins pas d'impact sur les propriétés mécaniques en traction des matériaux considérés car la rupture des éprouvettes de traction est ductile. Les zones de rupture secondaire induites par ces inclusions de taille micronique sont limitées à quelques micromètres et restent isolées les unes des autres.

Le traitement thermique de recristallisation induit une coalescence de précipités dans les deux aciers SLM et Praxair. Cette coalescence est favorisée par la présence de joints des grains recristallisés, d'où la présence de ces précipités aux joints de grains. En effet, d'après Aota et al. [221], ces joints de grains favorisent la diffusion des éléments chimiques. Une différence de nature de précipités est

observée entre les deux aciers : sphérique et de type $SiMnO_3$ pour l'acier SLM ; prismatique et de type $MnCr_2O_4$ pour l'acier Praxair.

Cette disparité peut être expliquée par la recristallisation de l'acier Praxair, qui débute à une température plus élevée par rapport à l'acier SLM. En effet, la recristallisation favorise la diffusion du silicium, ce qui engendre la formation de précipités riches en Si et inhibe la transition de phase $SiMnO_3$ vers $MnCr_2O_4$. L'absence de recristallisation de l'acier Praxair jusqu'à 1200°C rend possible cette transition.

L'impact de ces types de précipités sur les propriétés mécaniques est un sujet à étudier pour évaluer la viabilité de ces aciers recristallisés, de même que leur impact sur la propagation des fissures.

- Traitement thermomécanique (laminage à froid puis traitement thermique) :

Le laminage à froid des matériaux bruts avant traitement thermique permet d'abaisser en dessous de 900°C la température de début de recristallisation, ce qui constitue un point commun avec les aciers conventionnels. Une corrélation a été observée entre les taux de recristallisation des microstructures traitées et les taux surfaciques de grains maclés des microstructures laminées à 20%. Cette corrélation tend à montrer le rôle des macles mécaniques dans la germination des grains recristallisés.

Le traitement à 1200°C pendant 1h des échantillons laminés à 20% aboutit à l'obtention de microstructures complètement recristallisées. Par rapport aux états recristallisés à partir des ébauches brutes de consolidation, ce traitement permet l'obtention d'une microstructure fine pour les aciers SLM et Praxair avec des tailles moyennes de grains respectives de 35 µm et de 18 µm environ, en pondération surfacique.

L'allongement du temps de maintien du traitement thermique a permis de montrer que les grains de première recristallisation de l'acier Praxair sont stables alors que l'acier SLM est sujet à un grossissement de grains. En revanche, des grains à croissance anormale ont été observés dans la microstructure Praxair uniquement. Les conditions d'apparition de ces grains nécessitent des travaux complémentaires. Un mécanisme courant de formation de ce type de grain est la présence de bandes de cisaillement à la suite de la déformation à froid, qui cassent les précipités et augmentent l'énergie stockée localement, favorisant ainsi leur croissance.

Plusieurs axes d'étude peuvent être envisagés pour étudier ce phénomène, non observé dans l'acier SLM :

- L'application d'un traitement thermique à 1200°C pour des durées supérieures à 3h pour déterminer s'il s'agit d'une spécificité héritée de la microstructure brute ;
- Une étude plus statistique de la texture de ces grains afin de déterminer une influence éventuelle de la texture cristalline. Cette influence est en général observée pour l'apparition de grains à croissance anormale à partir de bandes de cisaillement.

Par rapport à la problématique de départ portant sur l'apport des procédés de FA métallique en complément des procédés de mise en forme conventionnels des matériaux, les résultats de ces travaux de thèse apportent une confirmation des possibilités offertes par la FA métallique, en particulier sur l'obtention de microstructures singulières dont les propriétés microstructurales et mécaniques peuvent être contrôlées avec des étapes spécifiquement mises en œuvre de post-traitement et de mise en forme. Enfin cette étude a permis d'apporter des éléments de compréhension vis-à-vis

des mécanismes régissant les évolutions microstructurales et le comportement mécanique des aciers 316L étudiés, ouvrant la voie à l'une amélioration des propriétés des matériaux réalisés par fabrication additive.

6. Annexes

Cette dernière partie regroupe deux annexes :

- La première consiste en un récapitulatif de l'ensemble des configurations étudiées dans le cadre de cette thèse, en précisant les nomenclatures associées.
- La seconde regroupe les deux plans de prélèvement complets des éprouvettes de traction pour les deux orientations de construction des ébauches considérées dans cette étude. Ils permettent notamment d'illustrer les orientations de prélèvement des éprouvettes plates selon les différentes directions de l'ébauche.

6.1. Configurations étudiées et nomenclature

Aciers	**SLM**		**Praxair**	
Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
ε = 0%	**SSV**	**SSH**	**SPV**	**SPH**
ε = 10%	**SSV_L10**	**SSH_L10**	**SPV_L10**	**SPH_L10**
ε = 20%	**SSV_L20**	**SSH_L20**	**SPV_L20**	**SPH_L20**

Tableau 6.1 - Configurations étudiées en déformation par laminage à froid et les nomenclatures associées

	Aciers	SLM		Praxair	
	Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
TTH 900°C /1h	***ε = 0%***	**SSV_T900**	**SSH_T900**	**SPV_T900**	**SPH_T900**
	ε = 20%	**SSV_T900_L20**	**SSH_T900_L20**	**SPV_T900_L20**	**SPH_T900_L20**
TTH 1200° C/1h	***ε = 0%***	**SSV_T1200**	**SSH_T1200**	**SPV_T1200**	**SPH_T1200**
	ε = 20%	**SSV_T1200_L20**	**SSH_T1200_L20**	**SPV_T1200_L20**	**SPH_T1200_L20**

Tableau 6.2 - Configurations étudiées pour les ébauches traitées thermiquement dans l'état brut de fabrication et avant laminage à froid.

	Aciers	SLM		Praxair	
	Direction de laminage (RD)	V(∥BD)	H(⊥BD)	V(∥BD)	H(⊥BD)
ε = 20%	***TTH 900°C/1h***	**SSV_ L20_ T900**	**SSH_ L20_ T900**	**SPV_ L20_ T900**	**SPH_ L20_ T900**
	TTH 1200°C/1h	**SSV_ L20_ T1200_1h**	**SSH_ L20_ T1200_1h**	**SPV_ L20_ T1200_1h**	**SPH_ L20_ T1200_1h**
	TTH 1200°C/3h		**SSH_ L20_ T1200_3h**		**SPH_ L20_ T1200_3h**
	TTH 1200°C/5h				**SPH_ L20_ T1200_5h**

Tableau 6.3 - Configurations étudiées pour l'étude du traitement thermomécanique (laminage à froid suivi d'un traitement thermique.

6.2. Plans de prélèvement des éprouvettes pour les ébauches étudiées.

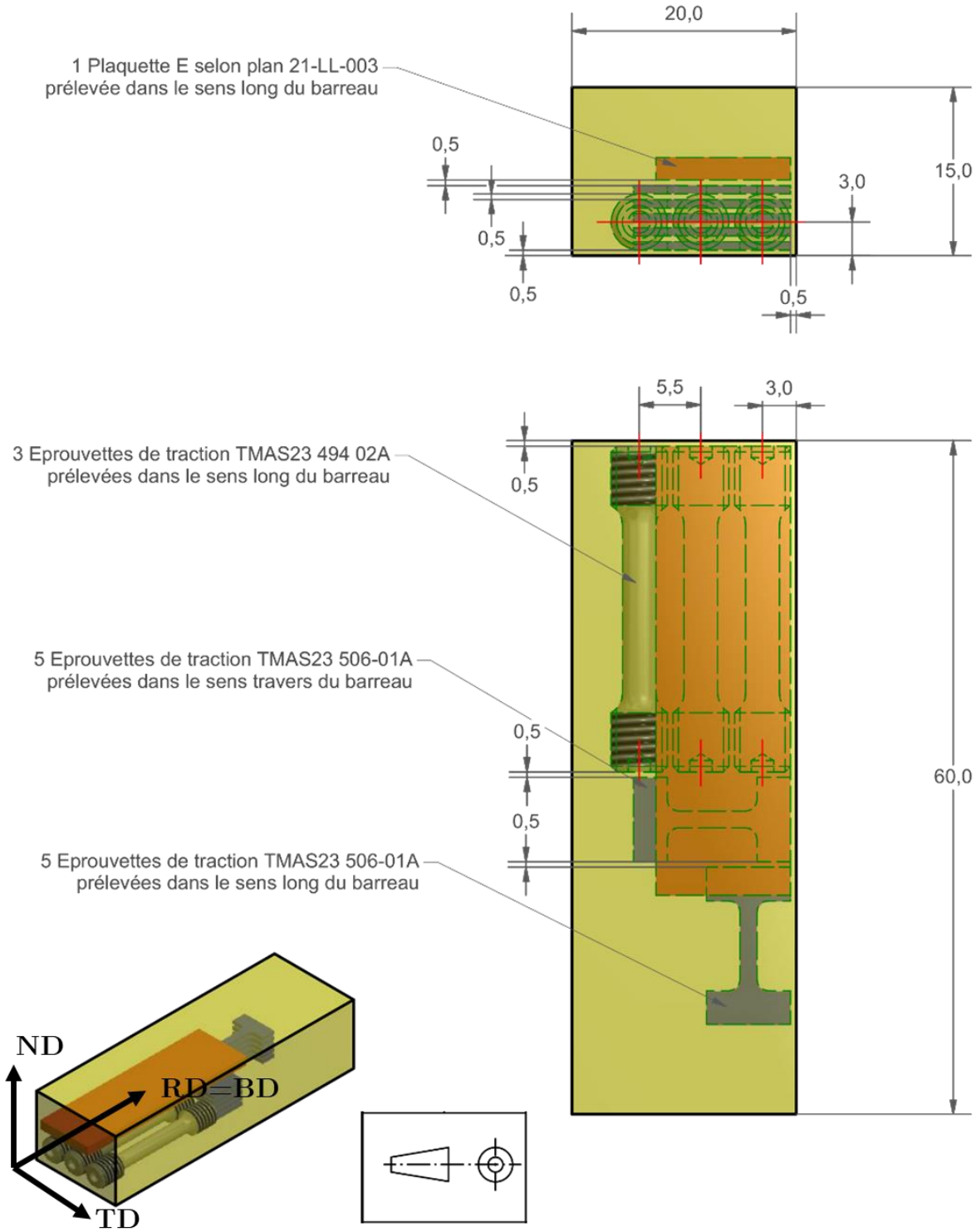


Figure 6.1 - Plan de prélèvement pour les ébauches verticales ***(V)*** avec le rappel des axes *RD*, *BD*, *ND* et *TD*.

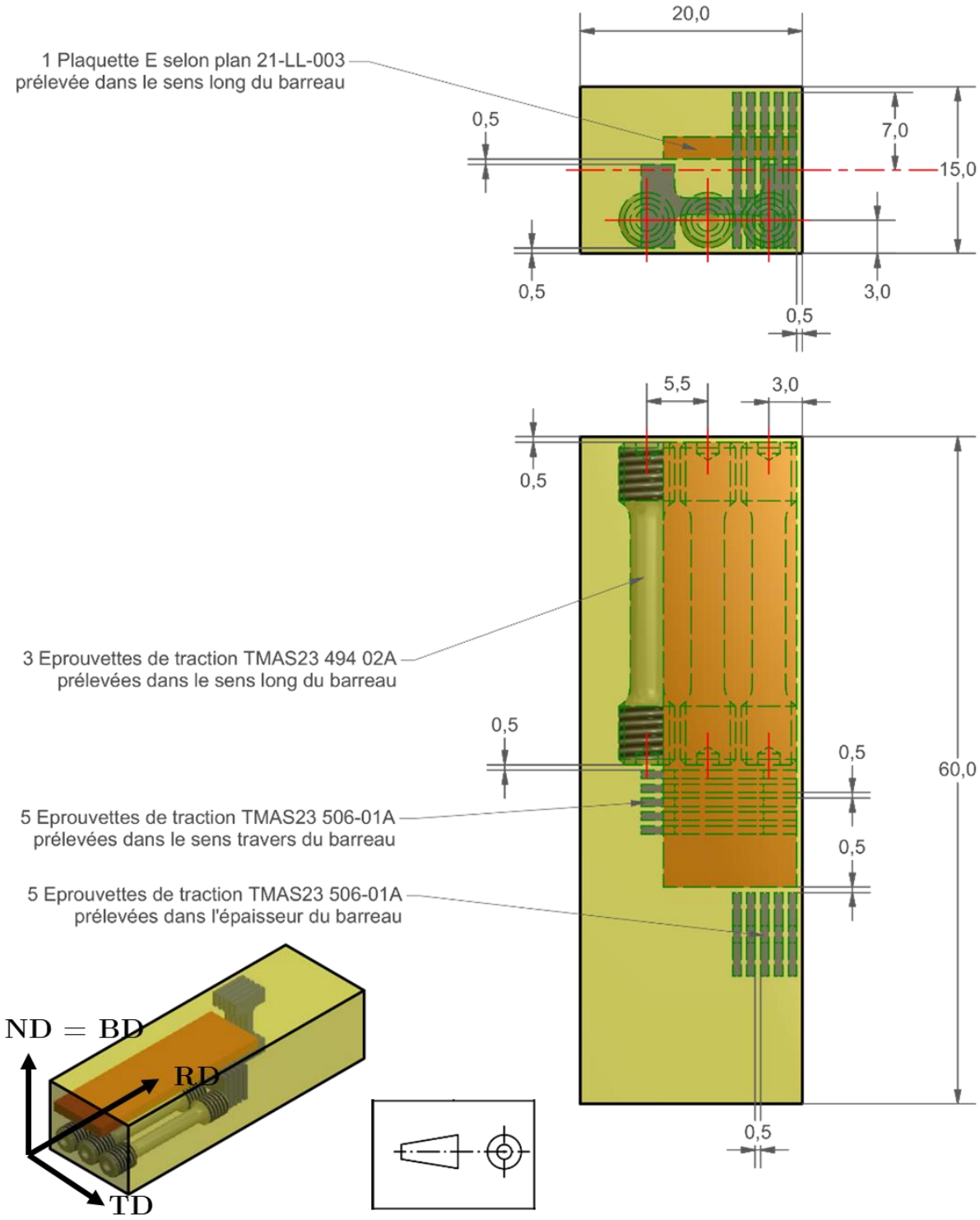


Figure 6.2 - Plan de prélèvement pour les ébauches horizontales ***(H)*** avec le rappel des axes *RD*, *BD*, *ND* et *TD*.

Note : les éprouvettes de traction *TMAS23 494 02A* sont les éprouvettes cylindriques. Les éprouvettes *TMAS23 506-01A* sont les éprouvettes plates. La plaquette *E* est la plaque permettant de mesurer les modules de Young par résonnance. Ces notations sont celles utilisées en interne au SRMA/LTMEx.

Références bibliographiques

1. Frazier WE. Metal Additive Manufacturing: A Review. J Mater Eng Perform. 2014;23(6):1917-28.

2. 3D-printed nuclear reactor promises faster, more economical path to nuclear energy | ORNL Disponible sur: https://www.ornl.gov/news/3d-printed-nuclear-reactor-promises-faster-more-economical-path-nuclear-energy

3. L'hybridation : la combinaison prometteuse de la fabrication traditionnelle avec la 3D. 3dprint Exhibition. 2019.
Disponible sur: https://www.3dprint-exhibition.com/2019/05/22/lhybridation-la-combinaison-prometteuse-de-la-fabrication-traditionnelle-avec-la-3d/

4. Liverani E, Toschi S, Ceschini L, Fortunato A. Effect of selective laser melting (SLM) process parameters on microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel. J Mater Process Technol. 2017;249:255-63.

5. Chniouel A. Etude de l'élaboration de l'acier inoxydable 316L par fusion laser sélective sur lit de poudre : influence des paramètres du procédé, des caractéristiques de la poudre, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques. Université Paris-Saclay; 2019.
Disponible sur: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-02421550

6. Cepeda-Jiménez CM, Potenza F, Magalini E, Luchin V, Molinari A, Pérez-Prado MT. Effect of energy density on the microstructure and texture evolution of Ti-6Al-4V manufactured by laser powder bed fusion. Mater Charact. 2020;163:110238.

7. Emissions – Global Energy & CO2 Status Report 2019 – Analysis. IEA.
Disponible sur: https://www.iea.org/reports/global-energy-co2-status-report-2019/emissions

8. Summary for Policymakers — Global Warming of 1.5 °C. GIEC.
Disponible sur: https://www.ipcc.ch/sr15/chapter/spm/

9. Portal Site Public Home. GIF Portal.
Disponible sur: https://www.gen-4.org/gif/jcms/c_9260/public

10. Chapter 4 GIF 2020 Annual Report. GIF Portal.
Disponible sur: https://www.gen-4.org/gif/jcms/c_177505/chapter-4-gif-2020-annual-report?details=true

11. Grouiller Jean-Paul. Le cycle du combustible des réacteurs à neutrons rapides. In: Les réacteurs nucléaires à caloporteur sodium. CEA; 2014.

12. Aoto K, Dufour P, Hongyi Y, Glatz JP, Kim Y il, Ashurko Y, et al. A summary of sodium-cooled fast reactor development. Prog Nucl Energy. 2014;77:247-65.

13. Beck T, Blanc V, Escleine JM, Haubensack D, Pelletier M, Phelip M, et al. Conceptual design of ASTRID fuel sub-assemblies. Nucl Eng Des. 2017;315:51-60.

14. Les matériaux pour le nucléaire. Modélisation et simulation des matériaux de structure. Commissariat à l'Énergie Atomique et aux Énergies Alternatives; 2016.

15. Bayoumi LS. Cold drawing of regular polygonal tubular sections from round tubes. Int J Mech Sci. 2001;43(11):2541-53.

16. Hirose T, Tanigawa H, Enoeda M, Akiba M. Effects of Tube Drawing on Structural Material for ITER Test Blanket Module. Fusion Sci Technol. 2007;52(4):839-43.

17. Sames WJ, List FA, Pannala S, Dehoff RR, Babu SS. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. Int Mater Rev. 2016;61(5):315-60.

18. Gu DD, Meiners W, Wissenbach K, Poprawe R. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms. Int Mater Rev. 2012;57(3):133-64.

19. Deckard CR, Beaman JJ, Darrah JH. Method for selective laser sintering with layerwise cross-scanning. US5155324A, 1990.
Disponible sur: https://patents.google.com/patent/US5155324A/de15

20. Kumar LJ, Krishnadas Nair CG. Current Trends of Additive Manufacturing in the Aerospace Industry. In: Advances in 3D Printing & Additive Manufacturing Technologies. Springer, Singapore; 2017. p. 39-54.
Disponible sur: https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-981-10-0812-2_4

21. Fleißner-Rieger C, Pfeifer T, Jörg T, Kremmer T, Brabetz M, Clemens H, et al. Selective Laser Melting of a Near-α Ti6242S Alloy for High-Performance Automotive Parts. Adv Eng Mater. 2021;23(12):2001194.

22. Rosen DW. Computer-Aided Design for Additive Manufacturing of Cellular Structures. Comput-Aided Des Appl. 2007;4(5):585-94.

23. Yoo DJ. Recent trends and challenges in computer-aided design of additive manufacturing-based biomimetic scaffolds and bioartificial organs. Int J Precis Eng Manuf. 2014;15(10):2205-17.

24. Jasiuk I, Abueidda DW, Kozuch C, Pang S, Su FY, McKittrick J. An Overview on Additive Manufacturing of Polymers. JOM. 2018;70(3):275-83.

25. Peng X, Kong L, Fuh JYH, Wang H. A Review of Post-Processing Technologies in Additive Manufacturing. J Manuf Mater Process. 2021;5(2):38.

26. Milewski JO. Additive Manufacturing Metal, the Art of the Possible. In: Milewski JO, éditeur. Additive Manufacturing of Metals: From Fundamental Technology to Rocket Nozzles, Medical Implants, and Custom Jewelry. Cham: Springer International Publishing; 2017. p. 7-33. (Springer Series in Materials Science).
Disponible sur: https://doi.org/10.1007/978-3-319-58205-4_2

27. DebRoy T, Mukherjee T, Milewski JO, Elmer JW, Ribic B, Blecher JJ, et al. Scientific, technological and economic issues in metal printing and their solutions. Nat Mater. 2019;18(10):1026-32.

28. Atzeni E, Salmi A. Economics of additive manufacturing for end-usable metal parts. Int J Adv Manuf Technol. 2012;62(9):1147-55.

29. Guddati S, Kiran ASK, Leavy M, Ramakrishna S. Recent advancements in additive manufacturing technologies for porous material applications. Int J Adv Manuf Technol. 2019;105(1):193-215.

30. Blakey-Milner B, Gradl P, Snedden G, Brooks M, Pitot J, Lopez E, et al. Metal additive manufacturing in aerospace: A review. Mater Des. 2021;209:110008.

31. Wei Z, Wu J, Shi N, Li L, Wei Z, Wu J, et al. Review of conformal cooling system design and additive manufacturing for injection molds. Math Biosci Eng. 2020;17(5):5414-31.

32. Tan C, Wang D, Ma W, Chen Y, Chen S, Yang Y, et al. Design and additive manufacturing of novel conformal cooling molds. Mater Des. 2020;196:109147.

33. Klahn C, Leutenecker B, Meboldt M. Design for Additive Manufacturing – Supporting the Substitution of Components in Series Products. Procedia CIRP. 2014;21:138-43.

34. Sun SH, Ishimoto T, Hagihara K, Tsutsumi Y, Hanawa T, Nakano T. Excellent mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel with a unique crystallographic lamellar microstructure via selective laser melting. Scr Mater. 2019;159:89-93.

35. Dryepondt S, Nandwana P, Fernandez-Zelaia P, List F. Microstructure and high temperature tensile properties of 316L fabricated by laser powder-bed fusion. Addit Manuf. 2021;37:101723.

36. Saboori A, Aversa A, Marchese G, Biamino S, Lombardi M, Fino P. Application of Directed Energy Deposition-Based Additive Manufacturing in Repair. Appl Sci. 2019;9(16):3316.

37. Berman B. 3-D printing: The new industrial revolution. Bus Horiz. 2012;55(2):155-62.

38. Bonnín Roca J, Vaishnav P, Fuchs ERH, Morgan MG. Policy needed for additive manufacturing. Nat Mater. 2016;15(8):815-8.

39. Mukherjee T, DebRoy T. A digital twin for rapid qualification of 3D printed metallic components. Appl Mater Today. 2019;14:59-65.

40. DebRoy T, Wei HL, Zuback JS, Mukherjee T, Elmer JW, Milewski JO, et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. Prog Mater Sci. 2018;92(Supplement C):112-224.

41. Mellor S, Hao L, Zhang D. Additive manufacturing: A framework for implementation. Int J Prod Econ. 2014;149:194-201.

42. Milewski JO. Building, Post-Processing, and Inspecting. In: Milewski JO, éditeur. Additive Manufacturing of Metals: From Fundamental Technology to Rocket Nozzles, Medical Implants, and Custom Jewelry. Cham: Springer International Publishing; 2017. p. 229-53.

(Springer Series in Materials Science).
Disponible sur: https://doi.org/10.1007/978-3-319-58205-4_11

43. ASTM Committee F42 on Additive Manufacturing Technologies... - Google Scholar.
Disponible sur:
https://scholar.google.com/scholar_lookup?title=Standard%20Terminology%20for%20Additive%20Manufacturing%20Technologies&publication_year=2012&author=ASTM%20F2792-12A

44. Ding D, Pan Z, Cuiuri D, Li H. Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests. Int J Adv Manuf Technol. 2015;81(1):465-81.

45. Wang XJ, Zhang LC, Fang MH, Sercombe TB. The effect of atmosphere on the structure and properties of a selective laser melted Al–12Si alloy. Mater Sci Eng A. 2014;597:370-5.

46. Rakesh C h. S, Priyanka N, Jayaganthan R, Vasa NJ. Effect of build atmosphere on the mechanical properties of AlSi10Mg produced by selective laser melting. Mater Today Proc. 2018;5(9):17231-8.

47. SLM NXG XII 600 Detail Page. SLM Solutions GmbH.
Disponible sur: https://www.slm-pushing-the-limits.com/specs

48. Khorasani A, Gibson I, Veetil JK, Ghasemi AH. A review of technological improvements in laser-based powder bed fusion of metal printers. Int J Adv Manuf Technol. 2020;108(1):191-209.

49. Li Y, Gu D. Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder. Mater Des. 2014;63:856-67.

50. Gu D, Wang H, Zhang G. Selective Laser Melting Additive Manufacturing of Ti-Based Nanocomposites: The Role of Nanopowder. Metall Mater Trans A. 2014;45(1):464-76.

51. Lippold JC. Welding Metallurgy and Weldability. John Wiley & Sons; 2014. 418 p.

52. Ansari MJ, Nguyen DS, Park HS. Investigation of SLM Process in Terms of Temperature Distribution and Melting Pool Size: Modeling and Experimental Approaches. Materials. 2019;12(8):1272.

53. Fabbro R. Melt pool and keyhole behaviour analysis for deep penetration laser welding. J Phys Appl Phys. 2010;43(44):445501.

54. Wei HL, Elmer JW, DebRoy T. Origin of grain orientation during solidification of an aluminum alloy. Acta Mater. 2016;115:123-31.

55. Wei HL, Elmer JW, DebRoy T. Three-dimensional modeling of grain structure evolution during welding of an aluminum alloy. Acta Mater. 2017;126:413-25.

56. Carlton HD, Haboub A, Gallegos GF, Parkinson DY, MacDowell AA. Damage evolution and failure mechanisms in additively manufactured stainless steel. Mater Sci Eng A. 2016;651:406-14.

57. Ronneberg T, Davies CM, Hooper PA. Revealing relationships between porosity, microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion 316L stainless steel through heat treatment. Mater Des. 2020;189:108481.

58. du Plessis A, Macdonald E. Hot isostatic pressing in metal additive manufacturing: X-ray tomography reveals details of pore closure. Addit Manuf. 2020;34:101191.

59. Katayama S. Laser Welding. In: Novel Structured Metallic and Inorganic Materials. Springer, Singapore; 2019. p. 161-76.
Disponible sur: https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-981-13-7611-5_10

60. Slotwinski JA, Garboczi EJ, Hebenstreit KM. Porosity Measurements and Analysis for Metal Additive Manufacturing Process Control. J Res Natl Inst Stand Technol. 2014;119:494-528.

61. Thijs L, Verhaeghe F, Craeghs T, Humbeeck JV, Kruth JP. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V. Acta Mater. 2010;58(9):3303-12.

62. Girardin E, Renghini C, Dyson J, Calbucci V, Moroncini F, Albertini G. Characterization of Porosity in a Laser Sintered MMCp Using X-Ray Synchrotron Phase Contrast Microtomography. Mater Sci Appl. 2011;2(9):1322-30.

63. Mukherjee T, Zuback JS, De A, DebRoy T. Printability of alloys for additive manufacturing. Sci Rep. 2016;6(1).
Disponible sur: http://www.nature.com/articles/srep19717

64. Kempen K, Vrancken B, Buls S, Thijs L, Humbeeck JV, Kruth JP. Selective Laser Melting of Crack-Free High Density M2 High Speed Steel Parts by Baseplate Preheating. J Manuf Sci Eng. 2014;136(6):61026.

65. Bartlett JL, Li X. An overview of residual stresses in metal powder bed fusion. Addit Manuf. 2019;27:131-49.

66. Magana-Carranza R, Sutcliffe CJ, Patterson EA. The effect of processing parameters and material properties on residual forces induced in Laser Powder Bed Fusion (L-PBF). Addit Manuf. 2021;46:102192.

67. Liu Y, Yang Y, Wang D. A study on the residual stress during selective laser melting (SLM) of metallic powder. Int J Adv Manuf Technol. 2016;87(1):647-56.

68. Chen C, Chang S, Zhu J, Xiao Z, Zhu H, Zeng X. Residual stress of typical parts in laser powder bed fusion. J Manuf Process. 2020;59:621-8.

69. Ali H, Ghadbeigi H, Mumtaz K. Effect of scanning strategies on residual stress and mechanical properties of Selective Laser Melted Ti6Al4V. Mater Sci Eng A. 2018;712:175-87.

70. Wu AS, Brown DW, Kumar M, Gallegos GF, King WE. An Experimental Investigation into Additive Manufacturing-Induced Residual Stresses in 316L Stainless Steel. Metall Mater Trans A. 2014;45(13):6260-70.

71. Bynum JE. Modifications to the hole-drilling technique of measuring residual stresses for improved accuracy and reproducibility. Exp Mech. 1981;21(1):21-30.

72. Gusarov AV, Smurov I. Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting. Phys Procedia. 2010;5:381-94.

73. Qiu C, Panwisawas C, Ward M, Basoalto HC, Brooks JW, Attallah MM. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting. Acta Mater. 2015;96:72-9.

74. Gu D, Shen Y. Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods. Mater Des. 2009;30(8):2903-10.

75. Tucho WM, Lysne VH, Austbø H, Sjolyst-Kverneland A, Hansen V. Investigation of effects of process parameters on microstructure and hardness of SLM manufactured SS316L. J Alloys Compd. 2018;740:910-25.

76. Khorasani A, Gibson I, Awan US, Ghaderi A. The effect of SLM process parameters on density, hardness, tensile strength and surface quality of Ti-6Al-4V. Addit Manuf. 2019;25:176-86.

77. Fayazfar H, Salarian M, Rogalsky A, Sarker D, Russo P, Paserin V, et al. A critical review of powder-based additive manufacturing of ferrous alloys: Process parameters, microstructure and mechanical properties. Mater Des. 2018;144:98-128.

78. Natali S, Brotzu A, Pilone D. Comparison between Mechanical Properties and Structures of a Rolled and a 3D-Printed Stainless Steel. Materials. 2019;12(23):3867.

79. Yan X, Shi C, Liu T, Ye Y, Chang C, Ma W, et al. Effect of heat treatment on the corrosion resistance behavior of selective laser melted Ti6Al4V ELI. Surf Coat Technol. 2020;396:125955.

80. Byun TS, Garrison BE, McAlister MR, Chen X, Gussev MN, Lach TG, et al. Mechanical behavior of additively manufactured and wrought 316L stainless steels before and after neutron irradiation. J Nucl Mater. 2021;548:152849.

81. Leicht A, Klement U, Hryha E. Effect of build geometry on the microstructural development of 316L parts produced by additive manufacturing. Mater Charact. 2018;143:137-43.

82. Simchi A. Direct laser sintering of metal powders: Mechanism, kinetics and microstructural features. Mater Sci Eng A. 2006;428(1-2):148-58.

83. Li R, Wang M, Yuan T, Song B, Chen C, Zhou K, et al. Selective laser melting of a novel Sc and Zr modified Al-6.2 Mg alloy: Processing, microstructure, and properties. Powder Technol. 2017;319:117-28.

84. Kudzal A, McWilliams B, Hofmeister C, Kellogg F, Yu J, Taggart-Scarff J, et al. Effect of scan pattern on the microstructure and mechanical properties of Powder Bed Fusion additive manufactured 17-4 stainless steel. Mater Des. 2017;133:205-15.

85. Scipioni Bertoli U, Wolfer AJ, Matthews MJ, Delplanque JPR, Schoenung JM. On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting. Mater Des. 2017;113:331-40.

86. Karlsson J, Snis A, Engqvist H, Lausmaa J. Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti–6Al–4V powder fractions. J Mater Process Technol. 2013;213(12):2109-18.

87. Tan JH, Wong WLE, Dalgarno KW. An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process. Addit Manuf. 2017;18:228-55.

88. Olakanmi EO. Effect of mixing time on the bed density, and microstructure of selective laser sintered (sls) aluminium powders. Mater Res. 2012;15:167-76.

89. Cleary PW, Sawley ML. DEM modelling of industrial granular flows: 3D case studies and the effect of particle shape on hopper discharge. Appl Math Model. 2002;26(2):89-111.

90. Slotwinski JA, Garboczi EJ, Stutzman PE, Ferraris CF, Watson SS, Peltz MA. Characterization of Metal Powders Used for Additive Manufacturing. J Res Natl Inst Stand Technol. 2014;119:460-93.

91. Delacroix T, Lomello F, Schuster F, Maskrot H, Garandet JP. Influence of powder recycling on 316L stainless steel feedstocks and printed parts in laser powder bed fusion. Addit Manuf. 2022;50:102553.

92. Spierings AB, Herres N, Levy G. Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts. Bourell D, éditeur. Rapid Prototyp J. 2011;17(3):195-202.

93. Spierings AB, Voegtlin M, Bauer T, Wegener K. Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing. Prog Addit Manuf. 2016;1(1-2):9-20.

94. Dietrich S, Wunderer M, Huissel A, Zaeh MF. A New Approach for a Flexible Powder Production for Additive Manufacturing. Procedia Manuf. 2016;6(Supplement C):88-95.

95. Lee Y.S., Zhang W. Mesoscopic simulation of heat transfer and fluid flow in laser powder bed additive manufacturing. 26th Int Solid Free Form Fabr Symp Austin TX-USA. 2015;1154-65.

96. Simonelli M, Tuck C, Aboulkhair NT, Maskery I, Ashcroft I, Wildman RD, et al. A Study on the Laser Spatter and the Oxidation Reactions During Selective Laser Melting of 316L Stainless Steel, Al-Si10-Mg, and Ti-6Al-4V. Metall Mater Trans A. 2015;46(9):3842-51.

97. Karde V, Ghoroi C. Fine powder flow under humid environmental conditions from the perspective of surface energy. Int J Pharm. 2015;485(1-2):192-201.

98. Li XP, O'Donnell KM, Sercombe TB. Selective laser melting of Al-12Si alloy: Enhanced densification via powder drying. Addit Manuf. 2016;10:10-4.

99. Fabrication de poudres métalliques. Techniques de l'Ingénieur. Disponible sur: https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/innovation-th10/innovations-en-materiaux-avances-42186210/fabrication-de-poudres-metalliques-par-la-methode-prep-in221/fabrication-de-poudres-metalliques-in221niv10002.html

100. Rotary atomizing process. 1982. Disponible sur: https://patents.google.com/patent/US4415511A/en

101. Qi H, Azer M, Ritter A. Studies of Standard Heat Treatment Effects on Microstructure and Mechanical Properties of Laser Net Shape Manufactured INCONEL 718. Metall Mater Trans A. 2009;40(10):2410-22.

102. Teubler J, Weber S, Suski P, Peschke I, Liedtke C. Critical evaluation of the material characteristics and environmental potential of laser beam melting processes for the additive manufacturing of metallic components. J Clean Prod. 2019;237:117775.

103. Heiden MJ, Deibler LA, Rodelas JM, Koepke JR, Tung DJ, Saiz DJ, et al. Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process. Addit Manuf. 2019;25:84-103.

104. Sutton AT, Kriewall CS, Leu MC, Newkirk JW, Brown B. Characterization of laser spatter and condensate generated during the selective laser melting of 304L stainless steel powder. Addit Manuf. 2020;31:100904.

105. Bai Y, Wang D, Yang Y, Wang H. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of maraging steel by selective laser melting. Mater Sci Eng A. 2019;760:105-17.

106. Song B, Dong S, Liu Q, Liao H, Coddet C. Vacuum heat treatment of iron parts produced by selective laser melting: Microstructure, residual stress and tensile behavior. Mater Des 1980-2015. 2014;54:727-33.

107. Brandl E, Greitemeier D. Microstructure of additive layer manufactured Ti–6Al–4V after exceptional post heat treatments. Mater Lett. 2012;81:84-7.

108. Tillmann W, Schaak C, Nellesen J, Schaper M, Aydinöz ME, Hoyer KP. Hot isostatic pressing of IN718 components manufactured by selective laser melting. Addit Manuf. 2017;13:93-102.

109. Loh NL, Sia KY. An overview of hot isostatic pressing. J Mater Process Technol. 1992;30(1):45-65.

110. Riemer A, Leuders S, Thöne M, Richard HA, Tröster T, Niendorf T. On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting. Eng Fract Mech. 2014;120:15-25.

111. Lavery NP, Cherry J, Mehmood S, Davies H, Girling B, Sackett E, et al. Effects of hot isostatic pressing on the elastic modulus and tensile properties of 316L parts made by powder bed laser fusion. Mater Sci Eng A. 2017;693:186-213.

112. Jiang J, Hooper P, Li N, Luan Q, Hopper C, Ganapathy M, et al. An integrated method for net-shape manufacturing components combining 3D additive manufacturing and compressive forming processes. Procedia Eng. 2017;207:1182-7.

113. Pruncu CI, Hopper C, Hooper PA, Tan Z, Zhu H, Lin J, et al. Study of the Effects of Hot Forging on the Additively Manufactured Stainless Steel Preforms. J Manuf Process. 2020;57:668-76.

114. Hopper C, Pruncu CI, Hooper PA, Tan Z, Yang ST, Liu Y, et al. The effects of hot forging on the preform additive manufactured 316 stainless steel parts. Micron. 2021;143:103026.

115. Sizova I, Bambach M. Hot workability and microstructure evolution of pre-forms for forgings produced by additive manufacturing. Procedia Eng. 2017;207:1170-5.

116. Bambach M, Sizova I, Emdadi A. Development of a processing route for Ti-6Al-4V forgings based on preforms made by selective laser melting. J Manuf Process. 2019;37:150-8.

117. Bambach M, Sizova I, Szyndler J, Bennett J, Hyatt G, Cao J, et al. On the hot deformation behavior of Ti-6Al-4V made by additive manufacturing. J Mater Process Technol. 2021;288:116840.

118. Bambach M, Sizova I, Silze F, Schnick M. Hot workability and microstructure evolution of the nickel-based superalloy Inconel 718 produced by laser metal deposition. J Alloys Compd. 2018;740:278-87.

119. Colegrove PA, Coules HE, Fairman J, Martina F, Kashoob T, Mamash H, et al. Microstructure and residual stress improvement in wire and arc additively manufactured parts through high-pressure rolling. J Mater Process Technol. 2013;213(10):1782-91.

120. Martina F, Colegrove PA, Williams SW, Meyer J. Microstructure of Interpass Rolled Wire + Arc Additive Manufacturing Ti-6Al-4V Components. Metall Mater Trans A. 2015;46(12):6103-18.

121. Martina F, Roy MJ, Szost BA, Terzi S, Colegrove PA, Williams SW, et al. Residual stress of as-deposited and rolled wire+arc additive manufacturing Ti–6Al–4V components. Mater Sci Technol. 2016;32(14):1439-48.

122. Shih CC, Shih CM, Su YY, Su LHJ, Chang MS, Lin SJ. Effect of surface oxide properties on corrosion resistance of 316L stainless steel for biomedical applications. Corros Sci. 2004;46(2):427-41.

123. Sutow EJ. The influence of electropolishing on the corrosion resistance of 316L stainless steel. J Biomed Mater Res. 1980;14(5):587-95.

124. NUclear COmponents Based on Additive Manufacturing | NUCOBAM Project | Fact Sheet | H2020 | CORDIS | European Commission.
Disponible sur: https://cordis.europa.eu/project/id/945313/fr

125. Zhong Y, Liu L, Wikman S, Cui D, Shen Z. Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting. J Nucl Mater. 2016;470:170-8.

126. Saeidi K, Kevetkova L, Lofaj F, Shen Z. Novel ferritic stainless steel formed by laser melting from duplex stainless steel powder with advanced mechanical properties and high ductility. Mater Sci Eng A. 2016;665(Supplement C):59-65.

127. Yakout M, Elbestawi MA, Veldhuis SC. A study of thermal expansion coefficients and microstructure during selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L. Addit Manuf. 2018;24:405-18.

128. Loto RT, Loto CA. Evaluation of the localized corrosion resistance of 316 L austenitic and 430Ti ferritic stainless steel in aqueous chloride/sulphate media for application in petrochemical crude distillation units. Mater Res Express. 2019;6(8):86516.

129. Leng YX, Wang J, Yang P, Chen JY, Huang N. The adhesion and clinical application of titanium oxide film on a 316 L vascular stent. Surf Coat Technol. 2019;363:430-5.

130. Herliansyah MK, Dewo P, Soesatyo MH, Siswomihardjo W. The effect of annealing temperature on the physical and mechanical properties of stainless steel 316L for stent application. In: 2015 4th International Conference on Instrumentation, Communications, Information Technology, and Biomedical Engineering (ICICI-BME). 2015. p. 22-6.

131. Sassoulas Hervé. Traitements thermiques des aciers inoxydables. Techniques de l'Ingénieur. 2016.
Disponible sur: https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/traitements-thermiques-des-aciers-des-alliages-et-des-fontes-42364210/traitements-thermiques-des-aciers-inoxydables-m1155/

132. Zhai W, Zhou W, Nai SML. Grain refinement and strengthening of 316L stainless steel through addition of TiC nanoparticles and selective laser melting. Mater Sci Eng A. 2022;832:142460.

133. Wang YM, Voisin T, McKeown JT, Ye J, Calta NP, Li Z, et al. Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility. Nat Mater. janv 2018;17(1):63-71.

134. Casati R, Lemke J, Vedani M. Microstructure and Fracture Behavior of 316L Austenitic Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting. J Mater Sci Technol. 2016;32(8):738-44.

135. Andreau O, Koutiri I, Peyre P, Penot JD, Saintier N, Pessard E, et al. Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting. J Mater Process Technol. 2019;264:21-31.

136. Scholz T, Dickmann K, Ostendorf A. Dynamical behavior of laser-induced nanoparticles during remote processing. In: Dorsch F, éditeur. 2014. p. 896303.
Disponible sur:
http://proceedings.spiedigitallibrary.org/proceeding.aspx?doi=10.1117/12.2035197

137. Scholz T, Dickmann K, Ostendorf A, Uphoff H, Michalewicz M. Effect of process parameters on the formation of laser-induced nanoparticles during material processing with continuous solid-state lasers. J Laser Appl. 2015;27(3):32001.

138. Godec M, Zaefferer S, Podgornik B, Šinko M, Tchernychova E. Quantitative multiscale correlative microstructure analysis of additive manufacturing of stainless steel 316L processed by selective laser melting. Mater Charact. 2020;160:110074.

139. Shifeng W, Shuai L, Qingsong W, Yan C, Sheng Z, Yusheng S. Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts. J Mater Process Technol. 2014;214(11):2660-7.

140. Yan F, Xiong W, Faierson EJ. Grain Structure Control of Additively Manufactured Metallic Materials. Materials. 2017;10(11):1260.

141. Sofinowski KA, Raman S, Wang X, Gaskey B, Seita M. Layer-wise engineering of grain orientation (LEGO) in laser powder bed fusion of stainless steel 316L. Addit Manuf. 2021;38:101809.

142. Ishimoto T, Wu S, Ito Y, Sun SH, Amano H, Nakano T. Crystallographic Orientation Control of 316L Austenitic Stainless Steel via Selective Laser Melting. ISIJ Int. 2020;60(8):1758-64.

143. Kou S. Welding Metallurgy. 3ème édition. Wiley; 2020. 688 p.

144. Scipioni Bertoli U, MacDonald BE, Schoenung JM. Stability of cellular microstructure in laser powder bed fusion of 316L stainless steel. Mater Sci Eng A. 2019;739:109-17.

145. Barkia B, Aubry P, Haghi-Ashtiani P, Auger T, Gosmain L, Schuster F, et al. On the origin of the high tensile strength and ductility of additively manufactured 316L stainless steel: Multiscale investigation. J Mater Sci Technol. 2020;41:209-18.

146. Kong D, Dong C, Ni X, Zhang L, Yao J, Man C, et al. Mechanical properties and corrosion behavior of selective laser melted 316L stainless steel after different heat treatment processes. J Mater Sci Technol. 2019;35(7):1499-507.

147. Voisin T, Forien JB, Perron A, Aubry S, Bertin N, Samanta A, et al. New insights on cellular structures strengthening mechanisms and thermal stability of an austenitic stainless steel fabricated by laser powder-bed-fusion. Acta Mater. 2021;203:116476.

148. Bertsch KM, Meric de Bellefon G, Kuehl B, Thoma DJ. Origin of dislocation structures in an additively manufactured austenitic stainless steel 316L. Acta Mater. 2020;199:19-33.

149. Dépinoy S, Sennour M, Ferhat L, Colin C. Experimental determination of solute redistribution behavior during solidification of additively manufactured 316L. Scr Mater. 2021;194:113663.

150. Yan F, Xiong W, Faierson E, Olson GB. Characterization of nano-scale oxides in austenitic stainless steel processed by powder bed fusion. Scr Mater. 2018;155:104-8.

151. Zhou X, An Z, Shen Z, Liu W, Yao C. Particles control in selective laser melting in-situ oxide dispersion strengthened method. IOP Conf Ser Mater Sci Eng. 2017;167:12048.

152. Montero-Sistiaga ML, Godino-Martinez M, Boschmans K, Kruth JP, Van Humbeeck J, Vanmeensel K. Microstructure evolution of 316L produced by HP-SLM (high power selective laser melting). Addit Manuf. 2018;23:402-10.

153. Kurzynowski T, Gruber K, Stopyra W, Kuźnicka B, Chlebus E. Correlation between process parameters, microstructure and properties of 316 L stainless steel processed by selective laser melting. Mater Sci Eng A. 2018;718:64-73.

154. Pillot S. Fusion laser sélective de lit de poudres métalliques. Trav Matér - Assem. 2016; Disponible sur: https://www.techniques-ingenieur.fr/doi/10.51257/a/v1/bm7900

155. Jhabvala J, Boillat E, Antignac T, Glardon R. On the effect of scanning strategies in the selective laser melting process. Virtual Phys Prototyp. 2010;5.

156. Laleh M, Hughes AE, Tan MY, Rohrer GS, Primig S, Haghdadi N. Grain boundary character distribution in an additively manufactured austenitic stainless steel. Scr Mater. 2021;192:115-9.

157. Wang X, Muñiz-Lerma JA, Sánchez-Mata O, Attarian Shandiz M, Brochu M. Microstructure and mechanical properties of stainless steel 316L vertical struts manufactured by laser powder bed fusion process. Mater Sci Eng A. 2018;736:27-40.

158. Güden M, Yavaş H, Tanrıkulu AA, Taşdemirci A, Akın B, Enser S, et al. Orientation dependent tensile properties of a selective-laser-melt 316L stainless steel. Mater Sci Eng A. 2021;824:141808.

159. Pham MS, Dovgyy B, Hooper PA. Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing. Mater Sci Eng A. 2017;704:102-11.

160. Kale AB, Singh J, Kim BK, Kim DI, Choi SH. Effect of initial microstructure on the deformation heterogeneities of 316L stainless steels fabricated by selective laser melting processing. J Mater Res Technol. 2020;9(4):8867-83.

161. Gu D, Chen H. Selective laser melting of high strength and toughness stainless steel parts: The roles of laser hatch style and part placement strategy. Mater Sci Eng A. 2018;725:419-27.

162. Wang X, Muñiz-Lerma JA, Attarian Shandiz M, Sanchez-Mata O, Brochu M. Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion. Mater Sci Eng A. 2019;766:138395.

163. Hitzler L, Hirsch J, Heine B, Merkel M, Hall W, Öchsner A. On the Anisotropic Mechanical Properties of Selective Laser-Melted Stainless Steel. Materials. 2017;10(10):1136.

164. Braun M, Mayer E, Kryukov I, Wolf C, Böhm S, Taghipour A, et al. Fatigue strength of PBF-LB/M and wrought 316L stainless steel: effect of post-treatment and cyclic mean stress. Fatigue Fract Eng Mater Struct. 2021;44(11):3077-93.

165. Mao Q, Gao B, Li J, Huang Z, Li Y. Enhanced tensile properties of 316L steel via grain refinement and low-strain rolling. Mater Sci Technol. 2019;35(12):1497-503.

166. Suryawanshi J, Prashanth KG, Ramamurty U. Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel. Mater Sci Eng A. 2017;696:113-21.

167. Deev AA, Kuznetcov PA, Petrov SN. Anisotropy of Mechanical Properties and its Correlation with the Structure of the Stainless Steel 316L Produced by the SLM Method. Phys Procedia. 2016;83:789-96.

168. Aota LS, Bajaj P, Zilnyk KD, Ponge D, Sandim HRZ. The origin of abnormal grain growth upon thermomechanical processing of laser powder-bed fusion alloys. Materialia. 2021;20:101243.

169. Ch_13_Deformation.pdf. École des Mines de Paris.
Disponible sur:
http://mms2.ensmp.fr/mat_paris/deformation/polycop/Ch_13_Deformation.pdf

170. Christian JW, Mahajan S. Deformation twinning. Prog Mater Sci. 1995;39(1-2):1-157.

171. Molnár D, Sun X, Lu S, Li W, Engberg G, Vitos L. Effect of temperature on the stacking fault energy and deformation behaviour in 316L austenitic stainless steel. Mater Sci Eng A. 2019;759:490-7.

172. Shen YF, Li XX, Sun X, Wang YD, Zuo L. Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. Mater Sci Eng A. 2012;552:514-22.

173. Eskandari M, Najafizadeh A, Kermanpur A. Effect of strain-induced martensite on the formation of nanocrystalline 316L stainless steel after cold rolling and annealing. Mater Sci Eng A. 2009;519(1):46-50.

174. Woo W, Jeong JS, Kim DK, Lee CM, Choi SH, Suh JY, et al. Stacking Fault Energy Analyses of Additively Manufactured Stainless Steel 316L and CrCoNi Medium Entropy Alloy Using In Situ Neutron Diffraction. Sci Rep. 2020;10(1):1-15.

175. Mackain O. Modélisation du maclage à l'échelle atomique dans les métaux hexagonaux : germination et migration de disconnections dans le zirconium, le titane et le magnésium. Université de Lyon; 2017.
Disponible sur: https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01591565

176. Bertrand E, Castany P, Péron I, Gloriant T. Twinning system selection in a metastable β-titanium alloy by Schmid factor analysis. Scr Mater. 2011;64(12):1110-3.

177. Luo JR, Godfrey A, Liu W, Liu Q. Twinning behavior of a strongly basal textured AZ31 Mg alloy during warm rolling. Acta Mater. 2012;60(5):1986-98.

178. Dillamore I., Roberts W. Rolling textures in f.c.c. and b.c.c. metals. Acta Metall. 1964;12(3):281-93.

179. Qin W, Li J, Liu Y, Yue W, Wang C, Mao Q, et al. Effect of Rolling Strain on the Mechanical and Tribological Properties of 316 L Stainless Steel. J Tribol. 2019;141(2). Disponible sur: https://asmedigitalcollection.asme.org/tribology/article/doi/10.1115/1.4041214/368840/Effect-of-Rolling-Strain-on-the-Mechanical-and

180. Chowdhury SG, Das S, De PK. Cold rolling behaviour and textural evolution in AISI 316L austenitic stainless steel. Acta Mater. 2005;53(14):3951-9.

181. Hong Y, Zhou C, Zheng Y, Zhang L, Zheng J. The cellular boundary with high density of dislocations governed the strengthening mechanism in selective laser melted 316L stainless steel. Mater Sci Eng A. 2021;799:140279.

182. Ni X, Kong D, Wu W, Zhang L, Dong C. Deformation-induced martensitic transformation in 316L stainless steels fabricated by laser powder bed fusion. Mater Lett. 2021;302:130377.

183. Humphreys FJ, Hatherly M. Recovery After Deformation. In: Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Elsevier; 2004. p. 169-213. Disponible sur: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780080441641500104

184. Humphreys FJ, Hatherly M. Recrystallization of Single-Phase Alloys. In: Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Elsevier; 2004. p. 215-IV. Disponible sur: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780080441641500116

185. Fonda RW, Rowenhorst DJ, Feng CR, Levinson AJ, Knipling KE, Olig S, et al. The Effects of Post-processing in Additively Manufactured 316L Stainless Steels. Metall Mater Trans A. 2020;51(12):6560-73.

186. Fergani O, Bratli Wold A, Berto F, Brotan V, Bambach M. Study of the effect of heat treatment on fatigue crack growth behaviour of 316L stainless steel produced by selective laser melting. Fatigue Fract Eng Mater Struct. 2018;41(5):1102-19.

187. Yin H, Song M, Deng P, Li L, Prorok BC, Lou X. Thermal stability and microstructural evolution of additively manufactured 316L stainless steel by laser powder bed fusion at 500–800 ℃. Addit Manuf. 2021;41:101981.

188. Chao Q, Thomas S, Birbilis N, Cizek P, Hodgson PD, Fabijanic D. The effect of post-processing heat treatment on the microstructure, residual stress and mechanical properties of selective laser melted 316L stainless steel. Mater Sci Eng A. 2021;821:141611.

189. Di Schino A, Kenny JM, Abbruzzese G. Analysis of the recrystallization and grain growth processes in AISI 316 stainless steel. J Mater Sci. 2002;37(24):5291-8.

190. Cui L, Jiang S, Xu J, Peng RL, Mousavian RT, Moverare J. Revealing relationships between microstructure and hardening nature of additively manufactured 316L stainless steel. Mater Des. 2021;198:109385.

191. Gao S, Hu Z, Duchamp M, Krishnan PSSR, Tekumalla S, Song X, et al. Recrystallization-based grain boundary engineering of 316L stainless steel produced via selective laser melting. Acta Mater. 2020;200:366-77.

192. Deng P, Song M, Yang J, Pan Q, McAllister S, Li L, et al. On the thermal coarsening and transformation of nanoscale oxide inclusions in 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion and its influence on impact toughness. Mater Sci Eng A. 2022;835:142690.

193. Naghizadeh M, Mirzadeh H. Microstructural Evolutions During Reversion Annealing of Cold-Rolled AISI 316 Austenitic Stainless Steel. Metall Mater Trans A. 2018;49(6):2248-56.

194. Kheiri S, Mirzadeh H, Naghizadeh M. Tailoring the microstructure and mechanical properties of AISI 316L austenitic stainless steel via cold rolling and reversion annealing. Mater Sci Eng A. 2019;759:90-6.

195. Herrera C, Plaut RL, Padilha AF. Microstructural Refinement during Annealing of Plastically Deformed Austenitic Stainless Steels. Mater Sci Forum. 2007;550:423-8.

196. Gorji NE, O'Connor R, Mussatto A, Snelgrove M, González PGM, Brabazon D. Recyclability of stainless steel (316 L) powder within the additive manufacturing process. Materialia. 2019;8:100489.

197. Chniouel A, Giroux PF, Lomello F, Aubry P, Vasquez É, Hercher O, et al. Influence of substrate temperature on microstructural and mechanical properties of 316L stainless steel consolidated by laser powder bed fusion. Int J Adv Manuf Technol. 2020;111(11):3489-503.

198. Shamsujjoha M, Agnew SR, Fitz-Gerald JM, Moore WR, Newman TA. High Strength and Ductility of Additively Manufactured 316L Stainless Steel Explained. Metall Mater Trans A. 2018;49(7):3011-27.

199. Salman OO, Gammer C, Chaubey AK, Eckert J, Scudino S. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting. Mater Sci Eng A. 2019;748:205-12.

200. Baudin T. Analyse EBSD - Principe et cartographies d'orientations. Essais Métallographiques Métaux Alliages. 2015.
Disponible sur: https://www.techniques-ingenieur.fr/doi/10.51257/a/v1/m4138

201. Nishikawa S, Kikuchi S. Diffraction of Cathode Rays by Mica. Nature. 1928;121(3061):1019-20.

202. Liu XW, Laplanche G, Kostka A, Fries SG, Pfetzing-Micklich J, Liu G, et al. Columnar to equiaxed transition and grain refinement of cast CrCoNi medium-entropy alloy by microalloying with titanium and carbon. J Alloys Compd. 2019;775:1068-76.

203. Laleh M, Hughes AE, Xu W, Haghdadi N, Wang K, Cizek P, et al. On the unusual intergranular corrosion resistance of 316L stainless steel additively manufactured by selective laser melting. Corros Sci. 2019;161:108189.

204. El-Danaf E, Kalidindi SR, Doherty RD. Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in fcc metals. Metall Mater Trans A. 1999;30(5):1223-33.

205. Tschopp MA, McDowell DL. Tension-compression asymmetry in homogeneous dislocation nucleation in single crystal copper. Appl Phys Lett. 2007;90(12):121916.

206. Byun TS. On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels. Acta Mater. 2003;51(11):3063-71.

207. Lodini A, Baudin T. Rayonnement synchrotron, rayons x et neutrons au service des matériaux ; analyse des contraintes et des textures. EDP Sciences; 2012.

208. Mosecker L, Saeed-Akbari A. Nitrogen in chromium–manganese stainless steels: a review on the evaluation of stacking fault energy by computational thermodynamics. Sci Technol Adv Mater. 2013;14(3):33001.

209. Stoltz RE, Sande V, B J. The effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe-Ni-Cr-Mn steels. Metall Trans A. juin 1980;11(6):1033-7.

210. Dumay A, Chateau JP, Allain S, Migot S, Bouaziz O. Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe–Mn–C steel. Mater Sci Eng A. 2008;483-484:184-7.

211. Luo Q, Wang HH, Li GQ, Sun C, Li DH, Wan XL. On mechanical properties of novel high-Mn cryogenic steel in terms of SFE and microstructural evolution. Mater Sci Eng A. 2019;753:91-8.

212. Meric de Bellefon G, van Duysen JC, Sridharan K. Composition-dependence of stacking fault energy in austenitic stainless steels through linear regression with random intercepts. J Nucl Mater. 2017;492:227-30.

213. Barnett MR. A rationale for the strong dependence of mechanical twinning on grain size. Scr Mater. 2008;59(7):696-8.

214. Gutierrez-Urrutia I, Zaefferer S, Raabe D. The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe–22wt.% Mn–0.6wt.% C TWIP steel. Mater Sci Eng A. 2010;527(15):3552-60.

215. Steinmetz DR, Jäpel T, Wietbrock B, Eisenlohr P, Gutierrez-Urrutia I, Saeed–Akbari A, et al. Revealing the strain-hardening behavior of twinning-induced plasticity steels: Theory, simulations, experiments. Acta Mater. 2013;61(2):494-510.

216. Kong D, Dong C, Ni X, Zhang L, Li X. Cellular size dependence on the strength of additively manufactured austenitic stainless steel. Mater Lett. 2020;279:128524.

217. Bilby BA, Crocker AG, Cottrell AH. The theory of the crystallography of deformation twinning. Proc R Soc Lond Ser Math Phys Sci. 1965;288(1413):240-55.

218. Wilson DV, Butler RD. The Role of Cup-Drawing Tests in Measuring Drawability. J Inst Met. 1962;90:473-83.

219. de Sonis É. Étude de l'influence de la texture et de la microstructure d'un acier 316L élaboré par les procédés LPBF et WAAM sur son comportement mécanique en rupture : Synthèse des travaux de première année de thèse. CEA; 2022.
Report No.: DES/ISAS/DMN/SRMA/LTMEx/NT/2021-3988.

220. Pinto FC, Aota LS, Filho S, R I, Raabe D, Sandim HRZ. Recrystallization in non-conventional microstructures of 316L stainless steel produced via laser powder-bed fusion: effect of particle coarsening kinetics. J Mater Sci. 2022;1-23.

221. Aota LS, Bajaj P, Zilnyk KD, Jägle EA, Ponge D, Sandim HRZ, et al. Recrystallization kinetics, mechanisms, and topology in alloys processed by laser powder-bed fusion: AISI 316L stainless steel as example. Materialia. 2021;20:101236.

222. Nunzio PED. Coarsening kinetics of grain-boundary precipitates: a reanalysis based on the multiple pairwise interaction model of Ostwald ripening. Philos Mag Lett. 2019;99(12):453-65.

223. Philibert J, Vignes A, Bréchet Y, Combrade P. Métallurgie. 2ème édition. Dunod; 2013. (Technique et ingénierie).

224. Basu I, Al-Samman T. Twin recrystallization mechanisms in magnesium-rare earth alloys. Acta Mater. 2015;96:111-32.

225. Guan D, Rainforth WM, Ma L, Wynne B, Gao J. Twin recrystallization mechanisms and exceptional contribution to texture evolution during annealing in a magnesium alloy. Acta Mater. 2017;126:132-44.

226. Levinson A, Mishra RK, Doherty RD, Kalidindi SR. Influence of deformation twinning on static annealing of AZ31 Mg alloy. Acta Mater. 2013;61(16):5966-78.

227. Drouven C, Basu I, Al-Samman T, Korte-Kerzel S. Twinning effects in deformed and annealed magnesium–neodymium alloys. Mater Sci Eng A. 2015;647:91-104.

228. Humphreys FJ, Hatherly M. The Deformed State. In: Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Elsevier; 2004. p. 11-II.
Disponible sur: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780080441641500062

229. Humphreys FJ, Hatherly M. Grain Growth Following Recrystallization. In: Recrystallization and Related Annealing Phenomena. Elsevier; 2004. p. 333-78.
Disponible sur: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780080441641500153

Titre : Étude des synergies entre les procédés de fabrication additive et les procédés conventionnels pour la mise au point d'aciers à hautes performances mécaniques

Mots clés : Fabrication additive, déformation à froid, traitement thermique, EBSD, maclage, acier austénitique.

Résumé : Dans le cadre du fort développement des procédés d'élaboration par fabrication additive portés par le CEA, ce travail de thèse a pour objectif d'étudier la mise en forme à froid par des procédés conventionnels d'ébauches consolidées par fabrication additive. Cette étude vise à déterminer l'influence de l'association entre les moyens d'élaboration par L-PBF (Laser – Powder Bed Fusion) et de mise en forme conventionnels par laminage sur les propriétés microstructurales et mécaniques des produits finaux. Outre le procédé de laminage à froid, l'impact de différents traitements thermiques de restauration et de recristallisation sur les propriétés microstructurales et mécaniques est analysé.

Ce travail de thèse propose également une étude sur les modes de déformation de l'acier 316L consolidé par L-PBF, avec une attention particulière portée sur le maclage mécanique.

L'objectif final de ce travail est d'offrir des éléments de compréhension sur les évolutions des caractéristiques microstructurales et des propriétés mécaniques de ces matériaux consolidés par fabrication additive au cours des procédés de mise en forme conventionnels.

Title : Study on the synergies between the additive and the conventional manufacturing processes for the development of high mechanical performance steels.

Keywords : Additive manufacturing, cold-deformation, heat treatment, EBSD, twinning, austenitic steel.

Abstract : Within the framework of the strong development of additive manufacturing carried by the CEA, this PhD work aims at studying the cold forming by conventional processes of additively manufactured blanks. This study focuses on determining the influence of the association between the process of elaboration by L-PBF (Laser – Powder Bed Fusion) and conventional cold-rolling on the microstructural and mechanical properties of the final products. In addition to the cold-rolling process, the impact of different heat treatments, of restauration and recrystallization, on the microstructural and mechanical properties is analyzed.

This PhD work also proposes a study about the deformation modes of L-PBF consolidated 316L stainless steel, with a particular focus on mechanical twinning.

The final objective of this work is to increase the knowledge about the microstructural and mechanical evolution of these materials consolidated by additive manufacturing, during conventional forming processes.