



HAL
open science

Caractérisation et modélisation de la tenue à la fatigue et à la corrosion de l'acier inoxydable super duplex 2507 obtenu par fabrication additive LP-DED

Sébastien Ballésio

► **To cite this version:**

Sébastien Ballésio. Caractérisation et modélisation de la tenue à la fatigue et à la corrosion de l'acier inoxydable super duplex 2507 obtenu par fabrication additive LP-DED. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Institut Polytechnique de Paris, 2024. Français. NNT : 2024IPPAE011 . tel-04761344

HAL Id: tel-04761344

<https://theses.hal.science/tel-04761344v1>

Submitted on 31 Oct 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.



INSTITUT
POLYTECHNIQUE
DE PARIS

NNT : 2024IPPAAE011

Thèse de doctorat



Caractérisation et modélisation de la tenue à la fatigue et à la corrosion de l'acier inoxydable super duplex 2507 obtenu par fabrication additive LP-DED

Thèse de doctorat de l'Institut Polytechnique de Paris
préparée à l'École nationale supérieure de techniques avancées

École doctorale n°626 École doctorale de l'Institut Polytechnique de Paris (EDIPP)
Spécialité de doctorat : Mécanique des fluides et des solides, acoustique

Thèse présentée et soutenue à Palaiseau, le 5 juillet 2024, par

SÉBASTIEN BALLÉSIO

Composition du Jury :

Matthieu RAUCH Professeur des universités, École Centrale de Nantes (GEM)	Président
Véronique AUBIN Professeure, CentraleSupélec (LMPS)	Rapporteuse
Bernard NORMAND Professeur, INSA Lyon (MatéIS)	Rapporteur
Gilbert HÉNAFF Professeur des universités, ISAE ENSMA (Institut Pprime)	Examineur
Fabien SZMYTKA Professeur, ENSTA Paris (IMSIA)	Directeur de thèse
Cédric DOUDARD Professeur, ENSTA Bretagne (IRDL)	Co-directeur de thèse
Matthieu DHONDT Maître de conférences, ENSTA Bretagne (IRDL)	Encadrant de thèse

Remerciements

Je vais commencer par remercier mon encadrement de thèse : Fabien, Cédric et Matthieu. Pour l'opportunité d'abord : vous m'avez ouvert les portes de la recherche, un domaine qui, je l'avoue, m'était très obscur car inconnu, mais que j'ai appris à apprécier au cours de ces années grâce à vous. Pour votre accompagnement et votre soutien, chacun à votre manière, malgré le côté distanciel qu'implique une thèse entre deux laboratoires. Et enfin pour les à-côtés, parce qu'en dehors du cadre on a partagé de super moments, même si parfois loufoques. C'est peut-être aussi le moment de m'excuser pour le temps de relecture de ce manuscrit, qui fut quelque peu restreint dira-t-on... désolé et merci pour votre disponibilité, notamment à ce moment-là.

Je tiens à remercier Matthieu Rauch, Véronique Aubin, Bernard Normand et Gilbert Hénaff, pour l'intérêt qu'ils ont pu porter à cette thèse, visible par leur présence dans le jury de celle-ci, ainsi que leurs questions et les remarques apportées lors de la discussion.

Merci aussi à l'ensemble des deux laboratoires.

Tout d'abord à Brest, je me suis toujours senti comme chez moi alors même que je n'étais que peu souvent présent. À vous tous les brestoïses, que ce soit ceux de passage : Corentin, Ewann, Enora, Vanessa, Mathilde, Otavio, Justin, Alexis, Théo, Anthony, Jeanne, Kilian, Pierrick, Lorenzo (même si tu y as finalement élu domicile), Laure, Gauthier, Sarah, Victor, Cyril, Andre, Oscar, Abdesslam ... mais aussi à tous les permanents, un grand merci ! Merci à vous tous pour tout ce que l'on a pu partager au laboratoire (merci notamment Célia pour tout le temps que tu as passé à me former sur les diverses machines et à m'aider sur les problèmes en tout genre), mais aussi en dehors tels que les sorties maritimes (excursion surf sur la presqu'île du Crezon ou sortie bateau au large du port de Brest), les repas partagés (les crêperies, comme les midis au Shreu (malgré tout ce que l'on peut en dire)), les moments un peu plus festifs (les afterworks au foyz', les soirées jusque parfois tard, le partage des shooters aux bigorneaux et des desserts) mais aussi aux discussions parfois très loufoques (comme sur le croisement des lions avec d'autres animaux ou les capacités des hippopotames). Comme je n'ai pas eu le droit de mettre le logo de l'école sur la première de couverture j'en profite pour le mettre ici.



**ENSTA
BRETAGNE**

À Palaiseau, j'étais bien moins dans l'inconnu même si le sentiment de travailler à côté de tes anciens profs est étrange. Merci aux camarades de passage : Vincent, David, Lisa, Clément, Alexandre, Ivan, Elodie, François, Aurore, Yoann, Flavien, Joar, Xinyuan, Laura, Pietro, Théo, Adrien, André, Antoine, Fabien, Sarah ... comme aux permanents, notamment à Paris, Nicolas, Gilles, Véronique, Anne-Lise et Thierry, qui m'ont grandement aidé que ce soit pour des problèmes techniques ou l'interprétation de résultats.

L'environnement et les activités, dans le laboratoire ou à l'extérieur, avec vous n'ont pas manqué et pour ça je vous remercie : que ce soit par les soirées à travailler et à refaire la science dans le bureau à l'Yvette (Paris, I'll remember your words immortalised on the whiteboard, don't worry!), par les sorties culturelles

(au musée d'Orsay notamment), sportives (les séances de sport avec le coach, qui comptait de plus en plus de disciples), ou les discussions scientifiques lors des séminaires du labo (désolé pour le traquenard, il fallait que je trouve des personnes pour présenter à chaque fois ...). Merci aussi pour les moments que je qualifierai de "partage et bonne humeur" : au Shamrock, aux afterworks au bord du lac (parties de pétanque, palets bretons et autre Molky), au week-end normand (entre les dégustations de produits locaux et le magnifique Just Dance qui restera dans la légende), aux lampées de l'amitié ou encore aux fameux "juste un verre après le taff" qui finissent à 3 heures du mat'.

Merci aussi à toutes personnes ayant participé (même juste quelques mois) au projet QUADS pour les discussions enrichissantes et votre aide sur le sujet : Anis, Eric, Thai, Chloé, Jordan, Alexander, Hugo, Maxime, Adrian, Nathalie, Pierre-Louis. Il y en a eu des coups durs à surmonter : de la machine d'impression qui tombent en panne, en passant par les essais un peu "techniques" à mettre en place (à faire tourner la nuit pour certains afin d'éviter une surchauffe du groupe hydraulique, alors que d'autres font rouiller les écrous/mors de la presse hydraulique) et pour finir le "trafic" d'échantillons (pour faire des traitements thermiques ou des essais de corrosion), il y a eu bien des aventures. En parlant d'aventure ne t'inquiète pas Maxime, malgré quelques turbulences, le canoë de la thèse arrive lui à bon port, contrairement à celui utilisé à Key West.

Enfin je vais remercier ma famille, mes amis et toutes les personnes que j'ai pu rencontrer au cours de cette période, pour leur support mais aussi et surtout pour les moments passés avec eux. Ces moments ont été, sont et resteront des souvenirs mémorables (et ceci même pour les pires traquenards)!

Il ne me reste maintenant plus qu'à souhaiter bonne lecture aux plus curieux, aventuriers et/ou férus de science, et à la prochaine pour tous les autres.

Table des matières

Remerciements	2
Table des matières	4
Liste des figures	6
Liste des tableaux	12
Introduction	15
1 Aciers inoxydables et fabrication additive : contexte et enjeux	18
1.1 Les aciers inoxydables super duplex	18
1.1.1 Description et utilisation de l'acier inoxydable duplex	18
1.1.2 Élaborations conventionnelles d'un acier duplex	20
1.1.3 Passage du duplex au super duplex	22
1.1.4 Phases primaires	24
1.1.5 Phases secondaires, précipités et intermétalliques	25
1.2 La fabrication additive métallique	27
1.2.1 Généralités sur la fabrication additive métallique	27
1.2.2 Procédé de fabrication additive "Laser Powder-Direct Energy Deposition" (LP-DED)	33
1.3 Conclusion du chapitre	35
2 Caractérisation nominale du couple matériau-procédé SAF2507 - LP-DED brut de fabrication et après différents traitements thermiques	37
2.1 Introduction	37
2.2 État de l'art	38
2.2.1 Types de défauts rencontrés en fabrication additive	38
2.2.2 Microstructures obtenues par fabrication additive et spécificités des aciers inoxydables duplex	39
2.2.3 Propriétés mécaniques sous sollicitation monotone développées par les aciers inoxydables duplex	41
2.2.4 Influence du traitement thermique sur les aciers inoxydables duplex imprimés : microstructure et caractéristiques mécaniques monotones	41
2.3 Méthodes expérimentales	43
2.3.1 Matériaux et machine d'impression employés	43
2.3.2 Élaboration des échantillons et éprouvettes	46
2.3.3 Méthode d'analyse de la porosité	47
2.3.4 Attaques chimiques	49
2.3.5 Traitements thermiques	49
2.3.6 Observation des échantillons par microscopie	50
2.4 Fabricabilité du couple matériau-procédé : SAF2507 - LP-DED brut de fabrication et étude de la microstructure associée	50
2.4.1 Étude des mono-cordons	51
2.4.2 Études des murs	56
2.4.3 Étude des volumes	58
2.5 Microstructures obtenues pour le SAF2507 - LP-DED après divers traitements thermiques . .	60
2.5.1 Élaboration des échantillons	60
2.5.2 Étude et distribution des phases	60

2.5.3	Orientation des grains et texture	66
2.6	Caractérisation des propriétés mécaniques sous sollicitation monotone	69
2.6.1	Description et protocole des essais	69
2.6.2	Élaboration des échantillons	70
2.6.3	Résultats	71
2.7	Conclusion du chapitre	73
3	Caractérisation de la tenue à la corrosion par piqûration et corrosion sous contrainte	75
3.1	Introduction	75
3.2	Méthodes expérimentales	77
3.2.1	Milieus d'étude utilisés	77
3.2.2	Machine multi-potentiostat	78
3.2.3	Observations des échantillons par microscopie	78
3.3	Corrosion par piqûration	78
3.3.1	Préambule	78
3.3.2	Bibliographie	80
3.3.3	Méthode expérimentale des essais de corrosion/passivation et corrosion par piqûre par polarisation des échantillons en milieu NaCl	83
3.3.4	Mesure des potentiels d'abandon	84
3.3.5	Courbes de polarisation des échantillons à température ambiante	85
3.3.6	Courbes de polarisation des échantillons à 90°C	86
3.3.7	Effets du procédé de fabrication et du traitement thermique sur la répartition des éléments d'alliage	88
3.3.8	Mise en relation de la répartition des éléments chimiques, de la microstructure et de la tenue à la corrosion par piqûration	90
3.4	Corrosion sous contrainte	94
3.4.1	Préambule	94
3.4.2	Bibliographie	95
3.4.3	Méthode expérimentale des essais de corrosion sous contrainte (CSC) en milieu NaCl	99
3.4.4	Résultats des essais de corrosion sous contrainte (CSC)	100
3.4.5	Analyse des éprouvettes post-essai	102
3.5	Conclusion du chapitre	105
4	Étude de la résistance à la fatigue à grand nombre de cycles	106
4.1	Introduction	106
4.2	État de l'art	106
4.2.1	Histoire de la fatigue	106
4.2.2	Définitions et cadre de l'étude	107
4.2.3	Travaux menés sur les aciers inoxydables élaborés par fabrication additive	110
4.3	Propriétés en fatigue analysées à partir de campagne d'essais Staircase	111
4.3.1	Fabrication des éprouvettes de fatigue	111
4.3.2	Protocole expérimental et paramètres d'essai	112
4.3.3	Dépouillement des campagnes d'essais	114
4.3.4	Protocole d'analyse des résultats	115
4.3.5	Observation des éprouvettes après rupture	115
4.3.6	Acier Forgé	115
4.3.7	Acier LP-DED Brut de fabrication	117
4.3.8	Acier LP-DED Traité thermiquement (1200°C-3h)	120
4.3.9	Comparaison des différents matériaux	121
4.4	Propriétés en fatigue analysées à partir d'essais d'auto-échauffement	122
4.4.1	Introduction	122
4.4.2	Protocole expérimental	124
4.4.3	Analyse des résultats	126
4.4.4	Résultats obtenus pour l'acier inoxydable super duplex 2507	128
4.5	Conclusion du chapitre	130

5	Modélisation du comportement dissipatif sous chargement cyclique de faible amplitude	132
5.1	Introduction	132
5.2	Bibliographie	133
5.2.1	Impact du schéma d'homogénéisation	133
5.2.2	Modèle probabiliste à deux échelles	134
5.2.3	Modèle polycristallin avec deux mécanismes	134
5.3	Résolution de l'équation de la chaleur dans le cadre spécifique d'essai d'auto-échauffement . .	135
5.3.1	Équation de la chaleur sous forme locale	135
5.3.2	Hypothèses et cadre d'étude pour un essai d'auto-échauffement	139
5.4	Modélisation du comportement mécanique du matériau	142
5.4.1	Choix du modèle	142
5.4.2	Formulation de l'énergie libre de Helmholtz	145
5.4.3	Relation modèle - essai d'auto-échauffement	146
5.5	Étude de sensibilité des paramètres du modèle	147
5.5.1	Écrouissage isotrope : élément central de la dynamique de dissipation	148
5.5.2	Dissipation intrinsèque	151
5.6	Corrélation entre le modèle et l'expérience	155
5.7	Conclusion du chapitre	156
	Conclusions et perspectives	158

Liste des figures

1.1	Microstructures des grandes familles d’aciers inoxydables : (a) ferritique, (b) martensitique, (c) austénitique et (d) duplex [Charles and Bernhardsson, 1991].	19
1.2	Courbes contrainte-déformation types des différents types d’aciers inoxydables [El Bartali, 2007].	20
1.3	Microstructure de l’acier duplex inoxydable 2507 allié à l’azote fabriqué par forgeage [Aubin, 2001].	21
1.4	Microstructure (a) à cœur et (b) globale d’un acier duplex inoxydable (21% de Cr, 10% de Ni) fabriqué par moulage (zone claire : austénite, zone foncée : ferrite) [Bugat, 2000].	21
1.5	Microstructure de l’acier duplex inoxydable SAF 2304 réalisé par laminage à chaud (RD : direction de laminage, ND : direction normale, TD : direction transverse) [Moverare and Odén, 2002].	22
1.6	(a) Développement des différents grades d’acier duplex en fonction de la teneur en Ni et Cr/Mo et (b) Différence de taux de ferrite en fonction de la température et de la teneur en Ni pour différents grades d’aciers duplex [Gunn, 1997].	23
1.7	(a) Diagramme de Schaeffler avec l’analyse des aciers inoxydables communs selon le calcul de chrome et nickel équivalent avec les coefficients des auteurs [Zhang et al., 2021a] et (b) Calcul d’équilibre des phases en fonction de la température (en Kelvin) pour l’acier inoxydable super duplex 2507 réalisé par OpenCalphad.	24
1.8	Diagramme de phase pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à la section 70% Fe [Pohl et al., 2007].	25
1.9	Morphologie de la phase σ aux iso-températures : (a) 950°C, (b) 850°C et (c) 750°C [Pohl et al., 2007].	26
1.10	Carbures $M_{23}C_6$ à l’interface ferrite-austénite dans un acier duplex 2205 après 15 minutes à 800°C (cliché MET) [Lee et al., 1999].	27
1.11	(a) Pont de 12 mètres réalisé par impression 3D (implanté sur certains canaux d’Amsterdam), (b) Pièce d’assemblage mécano-soudée et (c) son équivalent envisageable en un bloc réalisé en impression 3D [Ali et al., 2022].	28
1.12	Composants en titane fabriqués par des procédés de fabrication additive métallique par fusion sur lit de poudre : (a) Support de cabine de l’Airbus A350 XWB avec supports en structures lattices et (b) Implant médical fabriqué en structures lattices [Childerhouse and Jackson, 2019].	28
1.13	Comparaison des méthodes de fabrication pour des multimatériaux [Muller, 2013].	29
1.14	Exemples de procédés de fabrication additive par frittage : (a) Material Extrusion [Gonzalez-Gutierrez et al., 2018], (b) Binder Jetting [DebRoy et al., 2018] et (c) Material Jetting [Elkaseer et al., 2022].	30
1.15	Exemples de procédés de fabrication additive de fusion : (a) L-PBF [Bandyopadhyay et al., 2020] et (b) EB-DED [DebRoy et al., 2018].	31
1.16	Schéma de fonctionnement de l’impression du procédé de FAM ”Laser Powder-Direct Energy Deposition” (LP-DED) [Telmen et al., 2023].	34
2.1	(a) Décollement lors d’une impression de volume par procédé L-PBF [Hehr et al., 2020], et (b) Fissuration du dépôt de matière Ti6Al4V par procédé LP-DED à cause des contraintes résiduelles [Pulugurtha et al., 2009].	39
2.2	Figures inverse de pôles (selon la ”Build direction”) d’un Inconel 625 imprimé par procédé (a) L-PBF et (b) LP-DED [Nguejio et al., 2019].	40
2.3	Cartographies de phases d’acier inoxydable duplex (a) 2205 produit par procédé L-PBF [Hengsbach et al., 2017], (b) 2205 produit par procédé WAAM [Bi et al., 2022] et (c) 2507 produit par procédé LP-DED [Salvetr et al., 2022].	40
2.4	Images obtenues au Microscope Électronique à Balayage de la poudre métallique SAF 2507. .	44
2.5	(a-b) Photographies d’ensemble de la machine d’impression BeAM Mobile-004 et (c) de la zone d’impression à l’intérieur de la machine.	45

2.6	(a) Photographie du chariot avec les distributeurs de poudres, (b) Zoom sur la partie distribution (avec le racleur) d'un distributeur de poudre et (c) Schéma de la partie distribution du bol de réserve.	45
2.7	Stratégie d'impression choisie : allers-retours avec une rotation de 90° entre deux couches successives. Les flèches rouges représentent la trajectoire du laser.	46
2.8	Schémas de présentation des plans d'étude, en rouge la section transverse et en jaune la section longitudinale pour les échantillons : (a) imprimé par procédé LP-DED, et (b) forgé.	46
2.9	Schéma du processus de traitement d'images utilisé pour les analyses de la porosité : (a) acquisition d'images 2D, (b) seuillage de l'image, (c) segmentation des particules, (d) visualisation de particules à plus forts grossissements.	48
2.10	Traitements thermiques (Tth) appliqués aux échantillons	50
2.11	Représentation des caractéristiques géométriques d'un mono-cordon imprimé sur un substrat (vue de la coupe transverse).	51
2.12	Observations obtenus au microscope optique de mono-cordons montrant : (a) Cordon régulier avec des projections et zones noircies à cause de la surexposition à haute température (300 W - 2800 mm/min), (b) Cordon irrégulier avec des zones agglomérées (150 W - 2400 mm/min), et (c) Particules de poudre malfondues en surface du cordon (225 W - 1600 mm/min).	52
2.13	Évolution des caractéristiques géométriques des mono-cordons : hauteur (h), profondeur (d), largeur (w), et taux de dilution (D), en fonction de la vitesse de lasage pour trois puissance de laser : 175 W, 250 W et 275 W.	54
2.14	Évolution des caractéristiques géométriques des mono-cordons : hauteur (h), profondeur (d), largeur (w), et taux de dilution (D), en fonction de puissance du laser pour deux vitesse de balayage : 1800 mm/min et 2000 mm/min.	54
2.15	Schéma résumé des caractéristiques des mono-cordons en fonction de la puissance du laser et de la vitesse de lasage.	56
2.16	Observations au microscope optique de la coupe transverse des murs, proche du substrat, imprimés avec un incrément de hauteur de 0,15 mm et un débit massique de poudre de 7,0 g/min.	57
2.17	Variations de l'épaisseur des murs depuis le substrat pour une puissance laser de 200 W, 225 W, et 250 W combinée à une vitesse de lasage de : (a) 1800 mm/min et (b) 2000 mm/min.	57
2.18	(a) Micrographie optique d'un mur avec la présence de pores gazeux, (b) Évolution de la porosité et taille du gros pore détecté dans les murs en fonction de la puissance du laser et de la vitesse de balayage.	58
2.19	Exemples représentatifs des types de pores observés dans les volumes imprimés : les manques de fusion et les pores gazeux.	59
2.20	Évolution des caractéristiques en lien avec la porosité des blocs en fonction de la puissance du laser et de la vitesse de lasage : (a) Fraction surfacique de pores et circularité moyenne des pores, (b) Nombres de pores total et spécifiques (manques de fusion et pores gazeux).	59
2.21	Schéma illustrant les zones observées lors des analyses microstructurales selon les section (a) transverse et (b) longitudinale.	60
2.22	Micrographies optiques montrant la microstructure de l'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED brut de fabrication, après attaque chimique Beraha modifiée : (a) et (b) observations sur la section transverse, (c) et (d) observations sur la section longitudinale.	62
2.23	Cartographies EBSD des phases (rouge : austénite et bleu : ferrite) pour le matériau forgé : (a) et (b), et imprimé par procédé LP-DED brut de fabrication : (c) et (d), sur la section transverse : (a) et (c), et longitudinal : (b) et (d).	62
2.24	(a) Une partie du diagramme DRX pour l'échantillon LP-DED brut de fabrication analysé sur la coupe transverse, comparaison de l'observation expérimentale (Obs) et du calcul (Calc) obtenu par raffinement Rietveld, (b) la fraction massique (%) d'austénite estimée à partir des analyses EBSD et DRX pour les matériaux forgé et produit par procédé LP-DED sur les coupes transversales et longitudinales.	63
2.25	Cartographie des phases (ferrite en bleu et austénite en rouge) sur les sections transverses (a-b-c-d) et longitudinales (e-f-g-h) pour les échantillons LP-DED traités thermiquement pendant 3 heures à : 1050°C (a-e), 1125°C (b-f), 1200°C (c-g) et 1275°C (d-h).	65
2.26	(a) Cartographie EBSD de phases du matériau forgé (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de forgeage, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de forgeage, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de forgeage.	67

2.27	(a) Cartographie EBSD de phases du matériau imprimé LP-DED brut de fabrication (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de fabrication, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de fabrication, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de fabrication	67
2.28	(a) Cartographie EBSD de phases du matériau imprimé LP-DED et traité thermiquement à 1050°C durant 3 heures (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de fabrication, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de fabrication, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de fabrication	68
2.29	(a) Cartographie EBSD de phases du matériau imprimé LP-DED et traité thermiquement à 1275°C durant 3 heures (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de fabrication, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de fabrication, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de fabrication	68
2.30	Représentations (a) d'un essai de dureté Vickers, (b) de l'empreinte laissée par cet essai et (c) de la localisation des indentations sur un échantillon	69
2.31	Courbe typique contrainte-déformation conventionnelle à partir d'un essai de traction	70
2.32	Schéma des éprouvettes d'essai de traction (dimensions en mm).	71
2.33	Résultats des essais de dureté Vickers HV(1kg) pour l'acier forgé, produit par procédé LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement (Tth)	72
2.34	Courbes contrainte-déformation conventionnelle à partir d'essais de traction réalisés sur le forgé, LP-DED brut et traités thermiquement (Tth) à 1050, 1125, 1200, 1275°C pendant 3 heures	73
3.1	Compétition entre corrosion et passivation en milieu aqueux, d'après [Baroux, 2014, Merot, 2021].	76
3.2	(a) Schéma du montage électrochimique à trois électrode et (b) Multi-potentiostat Origaflex.	78
3.3	Représentation schématique de la corrosion "par piqûre" en présence d'ions chlorures, inspirée de [Bertolini et al., 2004].	79
3.4	Allures des différents types de piqûres selon [Bhandari et al., 2015, Akpanyung and Loto, 2019].	79
3.5	(a) Courbes d'essais de détermination du CPT pour chaque traitement thermique testé sur l'acier UNS S32750 dans une solution 1M NaCl et (b) PREN pour chacune des phases et CPT en fonction de la température de maintien du traitement thermique sur ce même acier [Tan et al., 2009].	81
3.6	(a) Tableau contenant la proportion d'austénite en fonction de la température de traitement thermique pour l'acier inoxydable duplex 2101 et (b) Courbes de polarisation pour chacun des traitements thermiques effectués sur ce même acier dans une solution 1M NaCl [Zhang et al., 2009].	81
3.7	Images MEB (ferrite en sombre, austénite en clair) des piqûres formées dans la ferrite sur les échantillons d'un acier inoxydable "lean" duplex (20,5%Cr, 2,1%Ni) traités thermiquement pendant 30 minutes à (a) 1000 °C, (b) 1050 °C et (c) 1150 °C [Guo et al., 2014].	81
3.8	Courbes de polarisation (a) de l'acier inoxydable duplex 2205 laminé (référence) et produit par procédé L-PBF (traité thermiquement ou pas) dans une solution 0,6M NaCl [Papula et al., 2019] et (b) de l'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé L-PBF en fonction de la vitesse de lasage dans une solution 0,6M NaCl [Murkute et al., 2020].	83
3.9	(a) Schéma et (b) photographie d'un échantillon utilisé pour les essais de corrosion par piqûration.	84
3.10	Suivi des potentiels d'abandon de certains échantillons d'aciers duplex 2507 produits par procédé de forgeage ou LP-DED, brut de fabrication ou après différents traitements thermiques, dans la solution à 1M NaCl à température ambiante (T = ambiante) et à 90°C (T = 90°C).	85
3.11	Courbes de polarisation de l'acier inoxydable super duplex 2507 forgé et produit par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après différents traitements thermiques, effectuées dans une solution à 1 M NaCl à température ambiante (20°C) et pH 6,5.	86
3.12	Clichés au microscope optique post-test de l'acier 2507 produit par procédé LP-DED (a) brut de fabrication et (b) traité thermiquement (1125°C-3h), polarisés dans une solution à 1 M NaCl à température ambiante (20°C) et pH 6,5.	86
3.13	Courbes de polarisation de l'acier inoxydable super duplex 2507 forgé et produit par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après traitement thermique à 1050, 1125, 1200 ou 1275°C pendant trois heures, effectuées dans une solution à 1 M NaCl à 90°C et pH 6,5.	87

3.14	Cartographies EBSD des phases (a-d-g-j-m-p) (bleu : ferrite et rouge : austénite) et répartition du chrome (b-e-h-k-n-q) et du nickel (c-f-i-l-o-r) obtenues par des mesures EDS sur le matériau forgé (a-b-c) et produits par procédé LP-DED, brut de fabrication (d-e-f) et traités thermiquement à 1050°C (g-h-i), 1125°C (j-k-l), 1200°C (m-n-o) et 1275°C (p-q-r) pendant 3 heures.	89
3.15	Graphe reliant le potentiel de piqûration à 90°C à la proportion de ferrite pour les échantillons fabriqués par forgeage et par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C.	90
3.16	Graphes reliant la teneur en chrome (a) et en molybdène (b) à la proportion de ferrite pour les phases ferritiques et austénitiques des échantillons d'acier duplex 2507 fabriqués par procédé LP-DED et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C.	91
3.17	Valeurs PREN pour les phases α et γ des échantillons d'acier duplex 2507 fabriqués par procédé LP-DED et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C en fonction de la proportion de ferrite.	92
3.18	Images MEB (a-b) et cartographies des phases (c-d) de piqûres à faible (a-c) et plus fort (b-d) grossissements sur un échantillon d'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1275°C pendant 3 heures (bleu : ferrite et rouge : austénite).	93
3.19	Diagramme de Venn illustrant la corrosion sous contrainte, inspiré de [Laghoutaris, 2009, Huguenin, 2012].	94
3.20	Morphologie des fissures de corrosion sous contrainte [Staehele, 1995].	95
3.21	(a) Effet du potentiel appliqué sur des essais de traction sur un acier inoxydable duplex 2205 en milieu N_2 désaéré (vitesse de déformation de $4,1 \times 10^{-6} s^{-1}$) [Tsai and Chen, 2000] et (b) sur un acier inoxydable 13Cr dans une solution contenant 3,5% (en masse) de NaCl et un gaz 10% O_2 -90% CO_2 dissout en continu sous différents potentiels [Luo et al., 2021].	96
3.22	Modèle de corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable 13Cr sous polarisation anodique dans une solution contenant 3,5% (en masse) de NaCl et un gaz 10% O_2 -90% CO_2 dissout en continu [Luo et al., 2021].	96
3.23	(a) Fissures sur des petites piqûres de corrosion observées sur une aube mobile d'une turbine à vapeur défaillante et (b) Courbes S-N d'un acier inoxydable contenant 12% de chrome dans différentes concentrations de NaCl (flexion rotative, 60Hz, R=-1) [Ebara, 2007].	97
3.24	(a) Courbe S-N (Probabilité de survie = 0,5) pour les échantillons testés à l'air et en milieux aqueux à 120Hz et (b) Dépassements par chargement cyclique ($\frac{\sigma_a}{\sigma_w} = 0,28$, R=0,1 et f=120Hz) puis repassivation sans chargement cyclique en solution corrosive (0,1M NaCl + 0,044M Na_2SO_4) [El May et al., 2013].	97
3.25	Évolution du potentiel libre pendant un essai de fatigue-corrosion à (a) R=0,1 et (b) R=-1 [El May et al., 2013].	98
3.26	Scénario d'initiation de fissure sur un acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3 en fatigue-corrosion (10^5 - 10^7 cycles, fréquence de sollicitation de 120Hz) [El May et al., 2013].	98
3.27	Plan des éprouvettes de corrosion sous contrainte (en mm).	99
3.28	(a) Installation globale pour effectuer un essai de corrosion sous contrainte et (b) agrandissement autour de la cellule de corrosion.	100
3.29	Courbes contrainte-déformation conventionnelle à partir d'essais de CSC sur l'acier 2507 LP-DED brut de fabrication, sous différentes conditions.	101
3.30	Fractographies (obtenues au MEB) d'éprouvettes fabriquées par procédé LP-DED brut de fabrication après des essais de CSC (a) à l'air libre et dans une solution avec 1M de NaCl à (b) température ambiante et (c) 90°C sans potentiel imposé.	102
3.31	Fractographie (obtenue au MEB) d'une éprouvette fabriquée par procédé LP-DED brut de fabrication après un essai de CSC dans une solution avec 1M de NaCl à 90°C avec un potentiel imposé de +200 mV/ECS : (a) cliché simple et (b) avec indications. En jaune (1) : amorce principale; en vert (2) : amorces secondaires; en bleu (3) : rupture finale; en rouge (autre) : attaque du milieu sur l'éprouvette. Les lettres représentent les emplacements des zooms exposés dans les autres figures de cette partie.	103
3.32	Cliché au MEB de la surface extérieure d'une éprouvette fabriquée par procédé LP-DED brut de fabrication après un essai de CSC dans une solution avec 1M de NaCl à 90°C avec un potentiel imposé de +200 mV/ECS.	103
3.33	Zoom sur les emplacements (a) A : Entrée de l'amorce principale par l'effet de la corrosion, (b) B : Gradient d'effets couplés entre la traction et la corrosion et (c-d) C : Rupture finale.	104
3.34	Zoom sur les emplacements (a-b) D et (c-d) E : zones attaquées par le milieu mais n'ayant pas amenées directement à la rupture de l'éprouvette.	104

4.1	(a) Montage expérimental de Wöhler utilisé pour déterminer la charge admissible pour un essieu en service (avec 1 : demi-essieu et 2 : rotor) et (b) une des premières courbes contrainte-nombre de cycles à rupture tracée pour des aciers [Wöhler, 1867].	107
4.2	Montage expérimentale de Stromeyer utilisé pour mesurer un différentiel de température lors des travaux en flexion rotative [Stromeyer, 1914].	109
4.3	Plan des éprouvettes de fatigue (en mm).	112
4.4	Faciès de rupture (obtenues au MEB) après essai de fatigue sur le matériau forgé à (a) faible et (b) fort grossissement (éprouvette S1).	116
4.5	Faciès de rupture (obtenus au MEB) après essai de fatigue sur le matériau LP-DED brut de fabrication : amorçage (a) sur un pore (éprouvette S9) et (b) en surface (éprouvette S10). . .	117
4.6	Faciès de rupture à (a) faible et (b) fort grossissement de l'éprouvette en acier élaboré par procédé LP-DED brut de fabrication S4, présentant une porosité en proche surface.	118
4.7	Faciès de rupture (a) haut et (b) bas de l'éprouvette en acier élaboré par procédé LP-DED brut de fabrication S6, présentant des ressemblances avec un amorçage à rupture sur porosité.	118
4.8	Limite de fatigue estimée (Σ_{D_i}) des éprouvettes SAF2507 LP-DED brut de fabrication en fonction (a) de la racine carrée de l'aire du pore d'amorce \sqrt{aire} , (b) de la distance entre le centre du pore et le bord de l'éprouvette d et (c) du ratio $\frac{d}{\sqrt{aire}}$	119
4.9	Photographies mettant en avant les problèmes d'échauffement et de striction observés sur certaines éprouvettes au cours de la campagne d'essais Staircase sur le matériau LP-DED Tth 1200°C-3h (Éprouvettes (a) S2 et (b) S7).	120
4.10	Faciès de rupture (obtenues au MEB) après essai de fatigue sur le matériau LP-DED Tth 1200°C-3h à différents grossissements (éprouvette S3).	121
4.11	Limites de fatigue estimées à partir des campagnes Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues pour le matériau forgé, LP-DED Brut et LP-DED traité thermiquement à 1200°C-3h.	122
4.12	Différences des conditions aux limites en fonction des approches [Munier, 2012].	123
4.13	Différences de comportement en température sur différentes nuances d'aciers, répertoriées par [Charkaluk and Constantinescu, 2009] et issues des résultats de [Luong, 1995, Luong, 1998] (acier XC55) et [Cugy and Galtier, 2002] (aciers HR55 et S355).	124
4.14	(a) Schéma de la consigne demandée à la machine d'essai (dans le cas d'un rapport de charge demandé égal à -1) et (b) dispositif expérimental pour effectuer un essai d'auto-échauffement.	125
4.15	(a) Cliché infrarouge de l'éprouvette en phase d'activité et (b) schéma de la réponse en température pour chaque palier.	126
4.16	(a) Représentation schématique de θ réel sur un palier lors de la phase d'activité, (b) zoom sur les derniers cycles où la température est stabilisée $\bar{\theta}$ et (c) réponses obtenues après échantillonnage lors des derniers cycles de chargement.	127
4.17	Exemple de courbe température stabilisée - contrainte maximale appliquée par palier de chargement à partir de la consigne figure 4.14(a) et des température obtenues figure 4.15(b).	128
4.18	Courbes température stabilisée - contrainte obtenues à partir d'essai d'auto-échauffement (R=-1) pour les aciers 2507 forgé et élaboré par procédé LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement à 1050-1125-1200-1275°C pendant 3 heures.	128
4.19	Limites de fatigue estimées à partir des campagnes Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues et des essais d'auto-échauffement (Test AE) pour le matériau forgé, LP-DED Brut et LP-DED traité thermiquement à 1200°C-3h.	130
5.1	(a) Modélisation de l'évolution de la température pendant un chargement cyclique (180 MPa, R=-1, 50 Hz) en fonction du schéma d'homogénéisation et (b) Comparaison des modélisations de l'évolution des températures stabilisées en fonction du chargement, à partir des données expérimentales de [Boulanger, 2004].	134
5.2	Identification des paramètres ηV_0 , m et $V_0 S_0^m$ pour un acier dual-phase (R=-1, 10 Hz).	135
5.3	Évolution de l'érouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de R_{0F} (MPa).	148
5.4	Évolution de l'érouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de α_{0F}	149
5.5	Évolution de l'érouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de la densité de dislocation initiale ρ_{0F} (m^{-2}).	149
5.6	Évolution de l'érouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de k_{1F}	150
5.7	Évolution de l'érouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de k_{2F}	150
5.8	Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de R_{0F} (MPa).	151
5.9	Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de α_{0F}	152
5.10	Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de k_{1F}	152
5.11	Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de k_{2F}	153

5.12	Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de de la densité de dislocation initiale ρ_{0F} (m^{-2}), à l'échelle logarithmique.	153
5.13	Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de C_F (MPa).	154
5.14	Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de γ_F	154
5.15	Évolution de la dissipation intrinsèque en fonction de la sollicitation, corrélation modèle-expérience sur l'acier produit par LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures (50/50% ferrite/austénite).	156

Liste des tableaux

1.1	Gammes de compositions chimiques pour chacune des quatre catégories d'aciers inoxydables évoquées [Charles and Bernhardsson, 1991].	19
1.2	Plage des caractéristiques mécaniques des différentes catégories d'aciers inoxydables [El Bartali, 2007].	20
1.3	Comparatif des procédés de fabrication additive métallique avec leurs avantages et inconvénients [Mireles et al., 2012, DebRoy et al., 2018, Gonzalez-Gutierrez et al., 2018, Bandyopadhyay et al., 2020, Singh et al., 2020].	32
1.4	Liste des désignations aussi utilisées pour le procédé étudié.	33
1.5	Paramètres du premier ordre dans l'impression par procédé LP-DED.	34
2.1	Ordres de grandeur des vitesse de refroidissement de la matière fabriquée en fonction du procédé utilisé.	39
2.2	Comparaison de la proportion d'austénite issue de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.	41
2.3	Comparaison des propriétés mécaniques (dureté Vickers (HV), Limite ultime de traction (R_m) et Allongement à rupture (A_r)) issues de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.	41
2.4	Comparaison de la proportion d'austénite avant et après traitement thermique (TE : suivi d'une trempe à l'eau) issue de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.	42
2.5	Comparaison des propriétés mécaniques avant et après traitement thermique (dureté Vickers (HV), Limite ultime de traction (R_m) et Allongement à rupture (A_r)) issues de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.	43
2.6	Compositions chimiques de l'acier inoxydable super duplex SAF2507 forgé [El Bartali, 2007] et de la poudre de même nuance utilisée pour la fabrication additive (en % poids).	44
2.7	Paramètres d'impression pour les mono-cordons	52
2.8	Résumé des caractéristiques géométriques (<i>moyenne</i> ^{maximum} / _{minimum} , après 9 mesures effectuées) des mono-cordons fabriqués par procédé LP-DED en fonction de la puissance du laser (P) et de la vitesse de lasage (v) : hauteur (h), profondeur (d), largeur (w), et taux de dilution (D).	55
2.9	Paramètres d'impression des murs.	56
2.10	Épaisseur des murs (Moyenne \pm Écart-type).	57
2.11	Paramètres de fabrication des blocs imprimés.	58
2.12	Proportion de phase et diamètre moyen des grains pour chaque des phases de l'acier 2507 pour les échantillons forgé, produit par LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement (Tth) selon le protocole section 2.3.5.	64
2.13	Moyennes et écarts-types obtenus après les essais de dureté Vickers	72
2.14	Module d'Young, limites d'élasticité et ultime en traction et allongement à la rupture pour l'acier forgé, produit par procédé LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement (Tth)	73
3.1	Potentiel de corrosion (E_{corr}), de piqûration (E_{piq}), et densité de courant de passivation (I_p) pour les matériaux forgés et produits par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après traitement thermique (Tth) à 1050, 1125, 1200 ou 1275°C pendant trois heures.	87
3.2	Proportions des phases et répartition du chrome, nickel et molybdène pour l'acier 2507 forgé et produit par procédé LP-DED, brut de fabrication ou traité thermiquement (Tth).	88
3.3	Valeurs estimées de la teneur en azote dans la matière globale (N_{poudre} pour les échantillons LP-DED et N_{forge} pour le matériau forgé), les phases ferritiques (N_α) et austénitiques (N_γ).	91

3.4	Valeurs de PREN spécifique calculées pour les phases ferritique ($PREN_{\alpha}$) et austénitique ($PREN_{\gamma}$) des échantillons d'acier duplex 2507 fabriqués par forgeage et par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C.	92
3.5	Potentiel de corrosion (E_{corr}), de piqûration (E_{piq}), et densité de courant de passivation (I_p) pour les matériaux forgé et produits par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après traitement thermique (Tth) à 1050, 1125, 1200 ou 1275°C pendant trois heures.	100
4.1	Comparaison des propriétés en fatigue issues de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.	111
4.2	Exemple de résultats pouvant être obtenus dans le cadre d'une campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes (Épr. : Éprouvette, o : non rompue au palier / x : rompue au palier).	114
4.3	Résultats de la campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues (Éprouvette n°i : Si) sur le SDSS 2507 Forgé (o : non rompue au palier / x : rompue au palier).	116
4.4	Résultats de la campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues (Éprouvette n°i : Si) sur le SDSS 2507 LP-DED Brut de fabrication (o : non rompue au palier / x : rompue au palier) avec distinction des causes de rupture (blanc : microstructure / gris clair : pore / gris foncé : non clairement défini).	117
4.5	Caractéristiques des pores d'amorce sur les éprouvettes ayant rompu en fatigue à partir d'une porosité.	119
4.6	Résultats de la campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues (Éprouvette n°i : Si) sur le SDSS 2507 LP-DED Tth 1200°C-3h (o : non rompue au palier / x : rompue au palier).	120
4.7	Tableau récapitulatif des estimations de limite d'endurance pour l'ensemble des configurations matériaux à partir d'un dépouillement empirique de l'essai d'auto-échauffement (Σ_D (AE)) et de campagne Staircase avec rechargement (Σ_D et $IC_{95\%}$ (Staircase)), et les écarts d'estimation entre les deux méthodes.	129
5.1	Tableau des paramètres utilisés pour modéliser l'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures (résultats figure 5.15).	155

Introduction

La fabrication additive métallique connaît un essor très important depuis quelques années mais en regardant plus attentivement l'essentiel des résultats disponibles dans la littérature, seuls quelques alliages ont été majoritairement étudiés. Parmi ceux-là, les principaux aciers représentés sont les aciers inoxydables 304, 316 et les aciers à outil. De nombreuses applications nécessitent cependant l'usage d'aciers plus résistants sans forcément basculer vers des matériaux ayant des propriétés mécaniques plus élevées mais aussi beaucoup plus onéreux, et parfois même inadaptés aux grandes structures. C'est en particulier le cas lorsque les systèmes visés fonctionnent dans des environnements sévères, et notamment corrosifs, comme imposé sur l'ensemble des applications navales. Il paraît judicieux de se pencher sur l'étude de l'utilisation de la fabrication additive métallique pour ce type d'acier.

Les aciers austéno-ferritiques ou duplex ont ainsi des propriétés fonctionnelles très intéressantes (tenue à la corrosion, caractéristiques mécaniques) pour un coût de mise en œuvre maîtrisé. Ces aciers nécessitent cependant de prendre des précautions particulières lors de leur fabrication, et nécessitent souvent un traitement thermique pour révéler tout leur potentiel.

En effet, la microstructure biphasée, la proportion entre la ferrite et l'austénite et la taille des grains sont des éléments très importants à prendre en compte sur les aciers inoxydables duplex. Une production plus spécifique de la matière peut être apportée par la fabrication additive à comparaison des procédés dits conventionnels, tel que le forgeage. Y aurait-il donc la possibilité de piloter au mieux la microstructure d'un acier inoxydable duplex de sorte à développer les propriétés du matériau, ou même d'en tirer les meilleurs profits au cas par cas pour des applications cibles ?

Aujourd'hui, la fabrication additive tend à être utilisée de plus en plus pour élaborer ou fonctionnaliser des sous-ensembles plus complexes et plus larges notamment grâce à l'hybridation entre plusieurs procédés, mais aussi pour refabriquer ou réparer des pièces n'étant plus produites. Les procédés de fabrication additive peuvent cependant nécessiter des post-traitements pour optimiser les propriétés des matériaux fabriqués. L'hybridation, lorsqu'elle est employée, corse d'autant plus cette difficulté car les traitements peuvent être différents d'un procédé à l'autre tandis que des matériaux et/ou des microstructures très dissemblables peuvent coexister au sein d'une même pièce.

C'est à cette problématique que le projet de "Qualification d'un alliage métallique multi-phasé élaboré par fabrication ADDitive pour usage en environnement Sévère" (QUADS), projet financé par l'AID, s'est concentré depuis 2021 et ceci sur l'acier inoxydable super duplex 2507. Cette nuance d'acier est connue pour avoir de hautes résistances à la fois mécanique et chimique (tenue à la corrosion). Les quatre laboratoires partenaires : l'Institut des Sciences de la Mécanique et Applications Industrielles (IMSIA - ENSTA Paris), l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDL - ENSTA Bretagne), l'Institut Clément Ader (ICA - ISAE SUPAERO) et le Laboratoire de Mécanique des Solides (LMS - École Polytechnique), se sont concentrés sur deux procédés de fabrication additive : le lit de poudre (L-PBF pour "Laser-Powder Bed Fusion") et la projection de poudre (LP-DED pour "Laser Powder-Direct Energy Deposition"). Ces deux procédés ont en commun la forme de la matière première (poudre) et la source d'énergie (laser), ce qui motive en plus d'évaluer les possibilités d'hybridation.

Le travail de cette thèse, effectué entre l'IMSIA et l'IRDL, s'attache particulièrement à la fabrication ainsi qu'à la caractérisation de l'acier inoxydable super-duplex 2507 obtenu par procédé LP-DED. La question est de savoir dans quelle mesure un lien entre le "procédé-traitement thermique", la microstructure et les caractéristiques de résistance du matériau peut être réalisé, et si les modifications induites par le procédé LP-DED permettent d'obtenir une nuance avec de bonnes propriétés.

En parallèle, des travaux de modélisation sont menés pour appréhender au mieux le comportement en fatigue de ce type d’acier, dont la microstructure biphasique amène des questions intéressantes sur la prise en compte de chacune des phases et de leur couplage.

D’autres travaux dans le cadre du projet QUADS sont aussi réalisés. Une seconde thèse est axée sur le produit obtenu par procédé L-PBF, avec des étapes de fabrication et de caractérisation mécanique en fonction des microstructures et des défauts générés.

Les avancées de ces thèses permettront dans un second temps de pouvoir effectuer des travaux sur l’hybridation des deux procédés cités.

Plus spécifiquement, les matériaux produits par fabrication additive, et par procédé LP-DED en particulier, peuvent présenter en fonction de la paramétrie de production, du matériau de base et du post-traitement choisi, des caractéristiques de résistances mécanique et à la corrosion très variées. Le triptyque procédé-matériau-propriétés est un des fondamentaux à prendre en compte pour la fabrication d’un objet. En effet, le coût et le temps de production mais aussi la pertinence à l’usage sont directement liés à ce dernier.

De plus, les propriétés sont intrinsèquement liées à la santé matière du matériau résultant du processus de fabrication, à savoir entre autres la porosité présente ainsi que la microstructure développée. Dans de nombreuses études, la fabrication additive a montré de grandes différences sur ces derniers points en comparaison aux procédés conventionnels [Singh et al., 2017].

Le principal objectif de cette thèse est donc de proposer une étude approfondie du couple LP-DED/Acier inoxydable super duplex 2507 et d’établir une démarche d’optimisation du processus de fabrication (procédé LP-DED suivi ou non de traitement thermique) vis-à-vis des propriétés de tenue mécanique et électrochimique. Pour cela les objectifs intermédiaires suivants ont été déterminés :

- Définir les paramètres de fabrication par procédé LP-DED permettant d’obtenir une bonne santé matière à partir de poudre d’acier inoxydable super duplex 2507 ;
- Observer l’influence sur la microstructure de l’application d’un traitement thermique, notamment au niveau de la proportion des phases ainsi que de l’homogénéisation de la taille des grains ;
- Caractériser l’impact que peut avoir la microstructure sur les propriétés de tenue mécanique sur des sollicitations monotones et de résistance à la corrosion ;
- Évaluer l’effet de la microstructure et de la porosité sur les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles.

Pour atteindre ces objectifs, un déroulé en plusieurs étapes a été suivi.

Tout d’abord, des critères pour évaluer la qualité du matériau sont à définir. L’enjeu est d’y répondre de la meilleure des façons en imprimant à l’aide de la machine d’impression LP-DED BeAM Mobile-004 (cf. section 2.3.1) et à partir de la poudre d’acier inoxydable super duplex SAF2507. Ensuite, comme il est question d’évaluer l’impact de la microstructure sur le matériau, différents traitements thermiques sont effectués sur la matière brute de fabrication par procédé LP-DED, et un point de comparaison est aussi mené avec un acier forgé de même nuance. Ce dernier permet d’obtenir une ébauche de comparaison entre les procédés dits conventionnels et de fabrication additive métallique. Des essais de traction uniaxiale, de dureté, de corrosion par piqûre ou encore des campagnes d’essais de fatigue sont ensuite menés sur les différents matériaux obtenus en amont. Durant cette partie expérimentale, l’influence de la microstructure est étudiée afin d’observer ou non des variations pour chaque propriété examinée.

Enfin une proposition de modèle est discutée pour décrire le comportement en fatigue observé sur l’acier inoxydable super duplex 2507. Ce modèle repose sur le caractère biphasique du matériau, dont chacune des phases propose un comportement spécifique, mais dont l’ensemble est rapproché par la proportion de chacune des phases. Le but recherché est de refléter les contrastes obtenus lors des campagnes d’essais de fatigue en fonction de la microstructure du matériau.

Ces étapes sont déclinées dans le manuscrit sous la forme de 5 chapitres.

Le premier chapitre, qui suit cette introduction, correspond à un état de l’art concernant les aciers inoxydables super duplex et la fabrication additive métallique. Il aborde l’émergence des aciers inoxydables duplex, la comparaison avec les aciers de type ferritiques, austénitiques et martensitiques, mais aussi différents procédés de fabrication conventionnels utilisés pour les élaborer. Un panel succinct des phases pouvant apparaître au niveau de la microstructure des aciers inoxydables super duplex est aussi évoqué.

Quant à l’aspect fabrication additive métallique, des généralités concernant leurs usages, avantages et

défauts vis-à-vis des procédés conventionnels sont d’abord rappelées. Ensuite, un portrait d’une majeure partie des procédés de fabrication additive avec un comparatif global est effectué. Pour finir, l’accent est mis sur le procédé à l’étude, "Laser Powder-Direct Energy Deposition" (LP-DED), avec une description plus approfondie du procédé et de ses enjeux.

Le chapitre 2 présente les travaux réalisés autour de l’impression, des traitements thermiques ainsi que des caractéristiques mécaniques monotones. Il détaille l’étude de fabricabilité du SAF2507 par procédé LP-DED, se composant en une large étude d’imprimabilité de mono-cordons, enchaînée avec une observation morphologique et de porosité de murs et blocs, dont l’échantillon de paramètres testés est réduit au fur et à mesure à partir de critères apposés pour obtenir une bonne santé matière du matériau final.

Des traitements thermiques sont ensuite développés pour produire des différents états microstructuraux. Un comparatif des variations microstructurales est en effet construit à partir de l’acier forgé et imprimé, brut de fabrication et traité thermiquement suivant différents protocoles. Pour finir les résultats des essais de traction monotone et de dureté Vickers sont renseignés et discutés en fonction du processus d’élaboration du matériau.

Le troisième chapitre traite de la tenue à la corrosion en solution saline. Il y est question de l’évaluation et la comparaison des performances des différents matériaux étudiés dans un environnement corrosif.

Des essais de corrosion par piquration en polarisant les échantillons d’acier sont effectués. Ces tests sont tout d’abord effectués à température ambiante (autour de 20°C) pour observer si le matériau imprimé possède des propriétés moins bonnes qu’attendues dans ce domaine à cause du procédé de fabrication. Puis ils sont menés à 90°C, température supérieure à la température critique d’apparition de piqûres pour l’acier inoxydable super duplex 2507 [Tomaselli et al., 2011], afin d’effectuer un comparatif complet de la résistance à la corrosion par piquration en solution saline. Il s’en suit une mise en relation de cette résistance avec la microstructure et la répartition des éléments chimiques dans le matériau, pour élaborer une hypothèse de relation de cause à effet dans le cadre d’étude.

Des premiers résultats concernant l’impact du couplage mécano-électrochimique, représenté par les essais de corrosion sous contrainte, sont présentés. Seul le matériau brut de fabrication par procédé LP-DED est étudié, et de premières observations sur le comportement ainsi que sur les faciès de rupture sont menés.

Le chapitre 4 est axé sur l’étude de la tenue à la fatigue à grand nombre de cycles sur les matériaux produits par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement, et forgé. La sollicitation spécifiquement étudiée est une traction-compression uniaxiale, et le but est de déterminer la limite d’endurance à 2 millions de cycles. Sur cette étude, deux méthodes de détermination sont développées : le dépouillement de campagnes Staircase avec rechargement des éprouvettes non-rompues et le dépouillement empirique d’essais d’auto-échauffement.

La première sert de valeur sûre d’un point de vue des normes ([ISO :12107, 2012]). Le rechargement des éprouvettes non-rompues permet d’accroître le nombre d’informations obtenus par chaque échantillon testé. La comparaison entre les différents matériaux à la fois au niveau de la limite de fatigue, mais aussi au niveau des faciès de rupture des éprouvettes rompues. Concernant ce dernier point, une étude plus approfondie est menée dans le cas du matériau imprimé brut de fabrication.

La seconde méthode consiste à récupérer l’information de la limite de fatigue à partir des données d’essai d’auto-échauffement. Une fois l’information récupérée pour chacun des échantillons testés, une comparaison est effectuée pour tirer un constat sur la viabilité de cette méthode de dépouillement, notamment pour les matériaux imprimés pouvant supposément avoir une microstructure "peu conventionnelle", d’un point de vue qualitatif (si l’ordre obtenu avec la première méthode est conservé) et quantitatif.

Avant de conclure et de donner quelques perspectives envisageables à ce travail, le dernier chapitre se concentre sur la modélisation. À partir des essais d’auto-échauffement, le développement vise à proposer un modèle représentant le comportement dissipatif en fatigue de l’acier inoxydable super duplex 2507. Comme recherché tout au long de cette thèse, l’effet de la microstructure veut être pris en compte. Le modèle présente donc une distinction entre les deux phases, ferritique et austénite, chacune associée à un comportement élasto-visco-plastique propre. Une loi des mélanges au niveau de la vitesse de déformation plastique macroscopique permet d’obtenir un comportement macro-homogène.

Après avoir développé le modèle utilisé et les hypothèses faites, une étude de sensibilité des paramètres d’écrouissage est effectuée, à la fois sur l’évolution de l’écrouissage isotrope et de la dissipation intrinsèque, afin de faire le lien entre le modèle et l’expérimental. Des tests pour différents jeux de paramètres sont ensuite effectués afin d’essayer d’obtenir un résultat au plus proche de ce qui a été rapporté expérimentalement lors des essais d’auto-échauffement.

Chapitre 1

Aciers inoxydables et fabrication additive : contexte et enjeux

1.1 Les aciers inoxydables super duplex

Dans cette section, une brève introduction sur les aciers inoxydables est réalisée. L'histoire de leur développement, avec notamment le passage des aciers inoxydables duplex aux super duplex y est succinctement décrite. Quelques procédés de fabrication dits "conventionnels" utilisés pour la production des aciers inoxydables ainsi que les propriétés microstructurales et mécaniques des types majeurs d'aciers inoxydables sont résumés. Pour finir, un descriptif des phases pouvant apparaître dans les aciers inoxydables duplex, à la fois pour les phases primaires et les phases secondaires, est réalisé. Parmi les phases non-primaires, les plages de température d'apparition et les faiblesses développées sont mentionnées.

1.1.1 Description et utilisation de l'acier inoxydable duplex

Les aciers inoxydables sont par essence même des aciers, et donc des alliages fer-carbone, auxquels plusieurs éléments d'alliage sont ajoutés. L'appellation "acier inoxydable" est décerné aux aciers bas carbone (dont la teneur massique en carbone est inférieure à 1,2 %) composés a minima de 10,5 % [NF/EN :10020, 2000] (ou 12 % suivant les normes) de chrome. Malgré certains travaux antérieurs, c'est à la fin du 19^{eme} siècle que l'allemand Hans Goldschmidt mit au point les premiers aciers bas carbone au chrome, précurseurs de la gamme actuelle des aciers inoxydables. Au début du 20^{eme} siècle, la tenue à la corrosion de ces alliages fut mise en avant par des chercheurs comme Philip Monnartz. Ce dernier a notamment exposé, pour ces alliages, l'existence d'un lien entre la tenue à la corrosion et la teneur en chrome [El Bartali, 2007]. En général, d'autres éléments d'alliages sont ajoutés afin d'améliorer leurs propriétés intrinsèques, comme le nickel ou le molybdène. Pour les exemples d'éléments cités, le nickel permet notamment d'améliorer la ductilité de l'alliage ainsi que sa facilité de mise en forme (notamment par laminage ou forgeage) et le molybdène améliore lui les propriétés électro-chimiques de l'alliage (accroît la stabilité du film passif et recule le potentiel de piqûration).

Avec les multiples découvertes et avancées métallurgiques ayant eu lieu au cours du siècle dernier, de nombreuses nuances d'aciers inoxydables ont progressivement été développées tandis que leur usage se généralisait massivement. Parmi tous ces aciers inoxydables, quatre grandes catégories se dégagent, en fonction de leur composition chimique et de leur microstructure :

- les aciers ferritiques ;
- les aciers austénitiques ;
- les aciers martensitiques ;
- les aciers duplex, qui sont des aciers possédant une microstructure mixte austéno-ferritique.

Des ordres de grandeurs quant aux compositions chimiques des différentes familles, ainsi que leur microstructure associée sont respectivement donnés tableau 1.1 et figure 1.1. Les teneurs en éléments chimiques varient de façon substantielle en fonction de la famille étudiée. En effet, la proportion de carbone est ainsi globalement plus élevée pour les aciers martensitiques (allant jusqu'à plus de 1%) que pour les autres catégories, en échange de quoi leur teneur en chrome reste inférieure (entre 12 et 18%). Les aciers austénitiques ont quant à eux la particularité de contenir bien plus de nickel que leurs homologues. Pour les aciers duplex, la proportion volumique de chacune des deux phases évolue en fonction de la composition chimique et des

conditions de réalisation de la trempe (température, durée, ...) et donc in fine de son procédé de fabrication (post-traitement thermique inclus) [Aubin, 2001].

Catégories d'acier	Composition (% masse)				
	C	Cr	Ni	Mo	Autres
Ferritique	<0,1	13 - 30	0 - 5	<5	Ti
Austénitique	<0,2	16 - 35	7 - 26	<6	N, Cu, Ti
Martensitique	0,05 - 1,2	12 - 18	<7	-	-
Duplex (Austéno-ferritique)	<0,05	18 - 27	4 - 7	<4	N (<0,3)

TABLEAU 1.1 – Gammes de compositions chimiques pour chacune des quatre catégories d'aciers inoxydables évoquées [Charles and Bernhardsson, 1991].

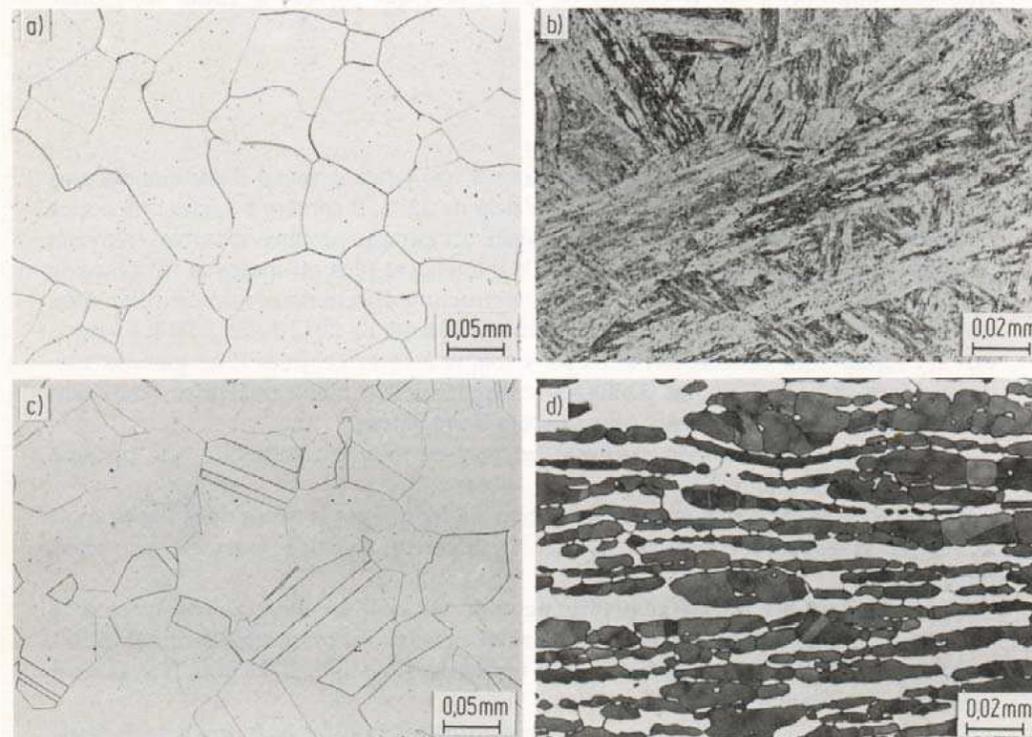


FIGURE 1.1 – Microstructures des grandes familles d'aciers inoxydables : (a) ferritique, (b) martensitique, (c) austénitique et (d) duplex [Charles and Bernhardsson, 1991].

Les différences de composition induisent de nombreuses microstructures différentes, engendrant des propriétés mécaniques très variées, comme le démontre la figure 1.2 pour les résultats d'essais de traction quasi-statique. Dans le cas spécifique des aciers duplex, modifier la proportion de phase entre la ferrite et l'austénite, par l'intermédiaire de la composition chimique ou d'un traitement thermique, peut aussi avoir un impact sur le comportement du matériau.

Outre une très bonne résistance à la corrosion, qui est une des raisons de l'existence des aciers inoxydables, l'acier duplex associe aussi les propriétés mécaniques des aciers ferritiques et austénitiques pour obtenir une dureté Vickers et des limites d'élasticité et ultime de traction souvent supérieures aux deux phases le composant, et un allongement à rupture du même ordre de grandeur que l'acier ferritique [El Bartali, 2007] (cf. tableau 1.2).

D'un point de vue historique, le développement des aciers duplex vient d'une erreur de composition chimique lors de l'élaboration d'un acier austénitique. Il se trouve que le nouveau matériau ainsi créé présentait une résistance accrue à la corrosion intergranulaire comparé à son prédécesseur, caractéristique qui a conquis les industriels suédois. Les premiers usagers sont les fabricants de papier sulfurisé, dont les installations étaient soumises à des fortes agressions chimiques (entre autres issues de la présence de chlore dans les systèmes de refroidissement). La composition chimique a donc été ajustée en conséquence, et la catégorie des aciers inoxydables duplex a vu le jour dans le paysage des métaux dans les années 1930.

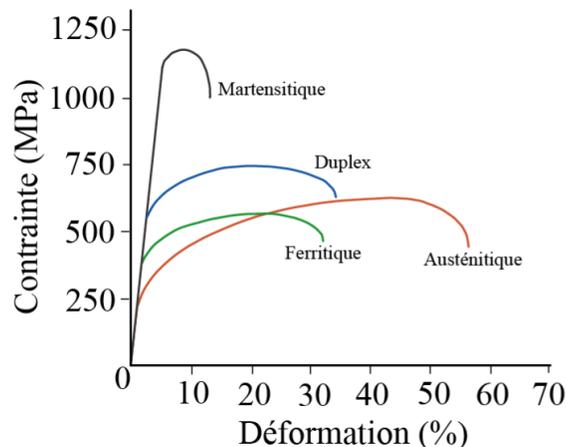


FIGURE 1.2 – Courbes contrainte-déformation types des différents types d’aciers inoxydables [El Bartali, 2007].

Catégories d’acier	Limite d’élasticité R_e (MPa)	Limite ultime de traction R_m (MPa)	Allongement à rupture A_r (%)	Dureté Vickers HV
Martensitique	540-700	500-1000	15-20	220
Ferritique	250-400	300-650	25-35	190-220
Austénitique	200-250	570-900	50-60	210
Austéno-ferritique	450-650	730-900	30-40	260-290

TABLEAU 1.2 – Plage des caractéristiques mécaniques des différentes catégories d’aciers inoxydables [El Bartali, 2007].

Avec ces bonnes propriétés en termes de résistance mécanique et de tenue à la corrosion, combinées à un coût de production assez faible, l’utilisation des aciers inoxydables duplex s’est élargie au cours des dernières décennies. Parmi les domaines qui en font usage, les industries pétrolières et gazières, chimiques, ainsi que celles des pâtes à papier et papiers sont de gros consommateurs. Les domaines du maritime, du bâtiment et de la construction sont aussi friands de cet alliage. D’autres applications, moins connues, comme les usines de dessalement thermique ou les équipements de contrôle de pollution pour la désulfuration des fumées dans les centrales thermiques au charbon sont aussi d’actualité [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012].

1.1.2 Élaborations conventionnelles d’un acier duplex

Parmi les principaux procédés de fabrication conventionnels, trois d’entre eux vont être développés ici : le forgeage, le moulage et le laminage. Pour chaque, une description rapide du procédé et de son impact sur la microstructure des aciers inoxydables duplex élaborés est donnée.

Forgeage

Le forgeage est un procédé de fabrication par déformation plastique. Lors de l’élaboration d’une pièce par forgeage, la matière est frappée par un dispositif de frappe, tel un marteau ou une masse par exemple, contre un support, sous forme d’enclume ou de matrice. Une fois frappée, la forme finale souhaitée est donnée à la pièce ainsi que ses caractéristiques mécaniques. Les pièces forgées sont généralement plus rigides que celles obtenues par des procédés tels que le moulage. Ce type de procédé de fabrication est particulièrement adapté à la création de produits ne nécessitant pas une précision trop importante, tels que certains outils ou couverts.

La figure 1.3 met en avant la microstructure pour un acier super duplex 2507. On observe directement une anisotropie des grains selon l’axe de la barre, qui est ici l’axe de forgeage. En effet les grains sont globulaires sur le plan perpendiculaire à l’axe de forgeage et allongés le long de l’axe de forgeage. La microstructure présentée dans [Aubin, 2001] est caractéristique de ce type d’alliage avec une ossature ferritique (60%) contenant des îlots austénitiques (40%).

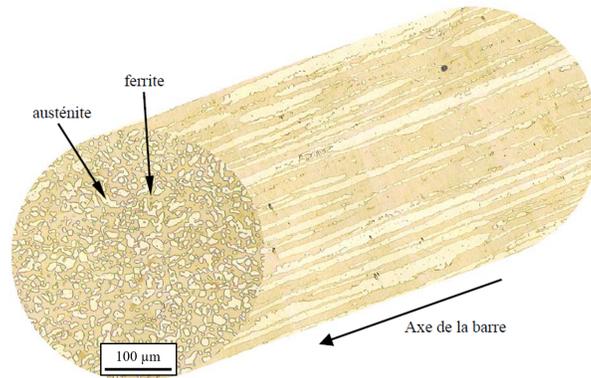


FIGURE 1.3 – Microstructure de l’acier duplex inoxydable 2507 allié à l’azote fabriqué par forgeage [Aubin, 2001].

Moulage

Le moulage désigne le procédé qui consiste à remplir un/des moules (ou empreintes) qui peuvent être de différentes matières (et donc influencer le gradient et le résultat final), avec du métal liquide, afin qu’il refroidisse, se solidifie et prenne la forme souhaitée. Les moules peuvent être de différentes matières en fonction de l’usage, mais les plus couramment utilisés sont les moules métalliques et en sable. Durant toute l’opération de remplissage ainsi que pendant la solidification du métal, les empreintes doivent être maintenues dans leur position initiale pour garantir les attentes géométriques de la pièce à produire. Un des principaux défauts pouvant être développés sont les retassures, qui sont des pores, créés à cause d’une mauvaise solidification du métal liquide.

Dans le cas d’aciers inoxydables duplex, ce procédé est très souvent complété par un traitement thermique. Ce dernier est nécessaire car le refroidissement lent de la matière dans le cadre du moulage (de l’ordre de 1-10 K/s) crée des phases intermétalliques (voir section 1.1.5) néfastes pour les caractéristiques finales [Badyka, 2018]. Comme présenté sur la figure 1.4(a), en observant le cœur d’une pièce, ce procédé n’induit pas d’évolution spécifique de la forme des grains ni d’hétérogénéités par rapport à la répartition globale des phases. Cependant un changement de microstructure est très clairement visible entre les bords et le cœur d’une pièce (cf. figure 1.4(b)). A contrario du cœur, des grains allongés perpendiculairement à la surface extérieure de la pièce se forment. Ce phénomène accroît encore la nécessité d’administrer un traitement thermique après ce type de fabrication afin d’homogénéiser l’ensemble.

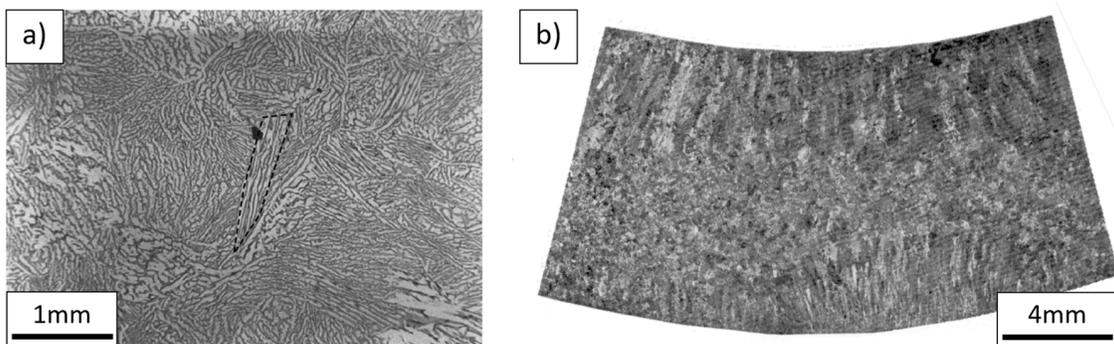


FIGURE 1.4 – Microstructure (a) à cœur et (b) globale d’un acier duplex inoxydable (21% de Cr, 10% de Ni) fabriqué par moulage (zone claire : austénite, zone foncée : ferrite) [Bugat, 2000].

Laminage

Le laminage est, comme le forgeage, un procédé de fabrication par déformation plastique. Cette technique consiste à compresser la matière entre deux cylindres contrarotatifs (tournant chacun en sens inverse de l'autre) appelés laminoirs qui, bien qu'ayant un écart plus faible que la hauteur initiale du bloc à laminier, va être réduit en épaisseur via des déformations plastiques dues à la compression du solide lors de son passage. Pour les aciers inoxydables duplex, le laminage va allonger la microstructure, à l'image de ce que le forgeage réalise, de sorte à avoir un allongement des grains dans la direction de laminage (voir figure 1.5).

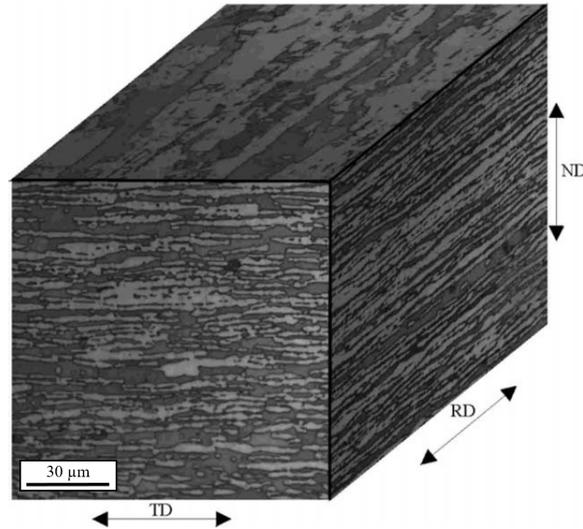


FIGURE 1.5 – Microstructure de l’acier duplex inoxydable SAF 2304 réalisé par laminage à chaud (RD : direction de laminage, ND : direction normale, TD : direction transverse) [Moverare and Odén, 2002].

1.1.3 Passage du duplex au super duplex

Depuis le début des années 1930 et l’apparition des aciers inoxydables duplex, trois évolutions successives ont permis l’élaboration des aciers inoxydables dits ”super duplex”. À cette période, les éléments d’alliages permettant la formation des aciers duplex étaient majoritairement du chrome, du nickel et du molybdène. Ces aciers duplex sont dits de ”1^{ère} génération” et allient de bonnes propriétés mécaniques et une forte résistance à la corrosion. Cependant, leur utilisation pour des applications induisant de la soudure n’était pas envisageable à cause des zones affectées thermiquement (ZAT) dans lesquels se développaient des phases intermétalliques, entraînant des pertes drastiques de performances [Charles, 2008, Lakhdari, 2020].

Dans les années 70, le développement de techniques telles que l’affinage sous vide (VOD pour ”Vaccum Oxygen Decarburization”) et la dilution à l’argon (AOD pour ”Argon Oxygen Decarburization”) a permis de relancer le développement et l’optimisation des aciers duplex. En effet, ces techniques ont rendu possible un meilleur contrôle de la composition chimique de ces aciers (notamment au niveau des éléments d’alliage) et l’intégration d’azote dans ces derniers.

D’un côté, le contrôle accru des éléments permet notamment une diminution des éléments indésirables, souvent responsables d’un affaiblissement des propriétés du matériau et d’une augmentation de sa résistance à la fissuration. De l’autre, l’ajout d’azote qui est un élément gamma-gène (stabilisateur de la phase austénitique), a permis d’encore augmenter le taux de chrome (qui lui est un élément alpha-gène) tout en gardant des proportions identiques entre les deux phases. Ces avancées accroissent la tenue à la corrosion intergranulaire ainsi que la résistance spécifique aux ions chlorure des aciers duplex. Ces nouvelles formules des aciers duplex enrichis en azote et en chrome forment la ”2^{ème} génération” des aciers inoxydables duplex [Lakhdari, 2020].

Plus récemment encore les aciers inoxydables super duplex voient le jour (à partir de la fin des années 1980), représentant la ”3^{ème} génération”, portés par un besoin toujours plus fort de résistances mécaniques et à la corrosion dans des environnements sévères pour les industries (par exemple dans l’extraction offshore de ressources). La composition chimique est à nouveau modifiée, par petites touches, en augmentant le taux

d'azote et l'ajout d'autres éléments d'alliages tels que le cuivre, le tungstène ou le phosphore qui permettent notamment d'optimiser la stabilité de l'alliage, rendant cette fois-ci le soudage envisageable, tout en conservant un équilibre entre les éléments α - et γ -gènes et de bonnes résistances à la fois mécaniques et à la corrosion [Li, 2019].

Ces multiples ajouts peuvent cependant entraîner beaucoup plus facilement l'apparition de phases intermétalliques. Bien que pour certains matériaux l'apparition d'intermétalliques peut être bénéfique, ce n'est pas le cas pour les aciers inoxydables duplex. En effet, les phases intermétalliques ou autres précipités amènent une réduction des propriétés mécaniques et/ou électro-chimiques du matériau (cf. section 1.1.5). Un bon contrôle du procédé de fabrication et/ou un traitement thermique adapté à la suite de celui-ci est indispensable pour contourner ce phénomène.

Un aperçu historique de l'évolution des alliages d'aciers inoxydables duplex par rapport à leur composition chimique est exposé figure 1.6(a). Sur ce graphique, il est intéressant de voir que depuis 1970, la teneur en azote contenue dans un acier inoxydable duplex augmente pour une même proportion "%Cr + 3,3 %Mo".

Une étude de la proportion de ferrite des aciers duplex en fonction de leur teneur en azote et du traitement thermique appliqué est présentée figure 1.6(b). Seule la température de maintien lors du traitement thermique est étudiée, et le temps de maintien n'est pas mentionné. Le premier point est que l'augmentation de la température du traitement thermique amène à une augmentation de la proportion de ferrite. En parallèle, l'augmentation de la teneur en azote implique une augmentation de la proportion d'austénite pour les aciers inoxydables duplex (caractéristique même de l'azote en tant qu'élément γ -gène). Enfin, l'évolution de la proportion de ferrite évolue différemment en fonction de la teneur en azote vis-à-vis de la température du traitement thermique. Pour une teneur en azote inférieure à 0,2%, la croissance de la proportion de ferrite en fonction de la température du traitement thermique est accrue.

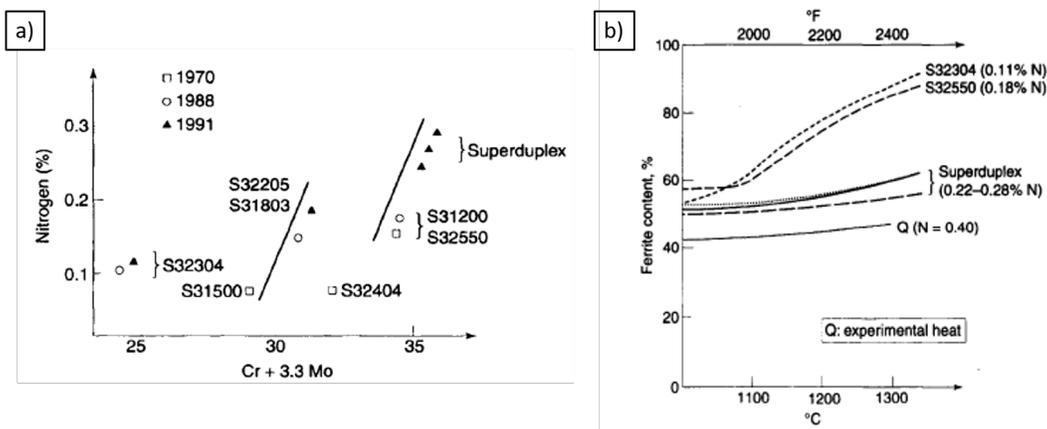


FIGURE 1.6 – (a) Développement des différents grades d'acier duplex en fonction de la teneur en Ni et Cr/Mo et (b) Différence de taux de ferrite en fonction de la température et de la teneur en Ni pour différents grades d'aciers duplex [Gunn, 1997].

Pour classer les aciers inoxydables, notamment les aciers duplex, il est commun d'utiliser un diagramme de Schaeffler [Schaeffler, 1948, Schaeffler, 1949, Guiraldenq and Hardouin Duparc, 2017]. Dans ce diagramme, comme celui représenté figure 1.7(a), les aciers inoxydables sont positionnés en fonction de la teneur en chrome et nickel équivalent, respectivement Cr_{eq} et Ni_{eq} . Même si les formules pour calculer ces valeurs ont pu évoluer au cours des années (cf. [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012, Zhang et al., 2021a]), une des conventions actuelles [Jiang et al., 2013] est donnée formule 1.1, où par exemple %Mo correspond à la teneur pondérée en masse du molybdène dans l'acier inoxydable concerné.

$$\begin{cases} Cr_{eq} = \%Cr + \%Mo + 1,5 \times \%Si + 0,5 \times \%Nb \\ Ni_{eq} = \%Ni + 0,5 \times \%Mn + 30 \times (\%N + \%C) \end{cases} \quad (1.1)$$

Ces valeurs sont intéressantes car elles permettent indirectement de connaître la nature de l'acier étudié. En effet les éléments présents dans la formule du Cr_{eq} ont tendance à stabiliser la phase ferritique et ceux dans Ni_{eq} la phase austénitique (cf. section 1.1.4).

Les phases ne peuvent pas toutes coexister au sein d'un même alliage comme cela est souligné sur les figures 1.7(b) et 1.8. Il existe ainsi des couplages métallurgique qui imposent au moins en partie la proportion de certaines phases si on en impose d'autres.

La figure 1.7(b) montre l'équilibre des phases en fonction de la température pour l'acier inoxydable super duplex 2507. Il souligne qu'un nombre de phases assez conséquent peuvent tout de même coexister. Ce matériau est celui qui a été sélectionné pour cette étude. Son intérêt principal réside en sa microstructure biphasée pour des températures d'élaboration supérieures à 1050°C, constituée de ferrite et d'austénite dans des proportions importantes. Il présente aussi la possibilité de développer d'autres phases, dont celles explicitées section 1.1.5 en fonction des conditions d'élaboration et donc de permettre, dans le cas de la fabrication additive, la production de microstructures variées à partir d'une base matériau initiale identique. De plus, plusieurs études ont déjà été réalisées sur cette nuance d'acier forgé [Aubin, 2001, El Bartali, 2007], ce qui constitue une première base de comparaison. Les équipes de recherches concernées nous ont par ailleurs transmis de la matière forgée permettant de procéder à des comparatifs détaillés pour l'acier inoxydable super duplex 2507 entre le forgeage et les procédés de fabrication additive (qui eux ont été peu étudiés avec ce matériau).

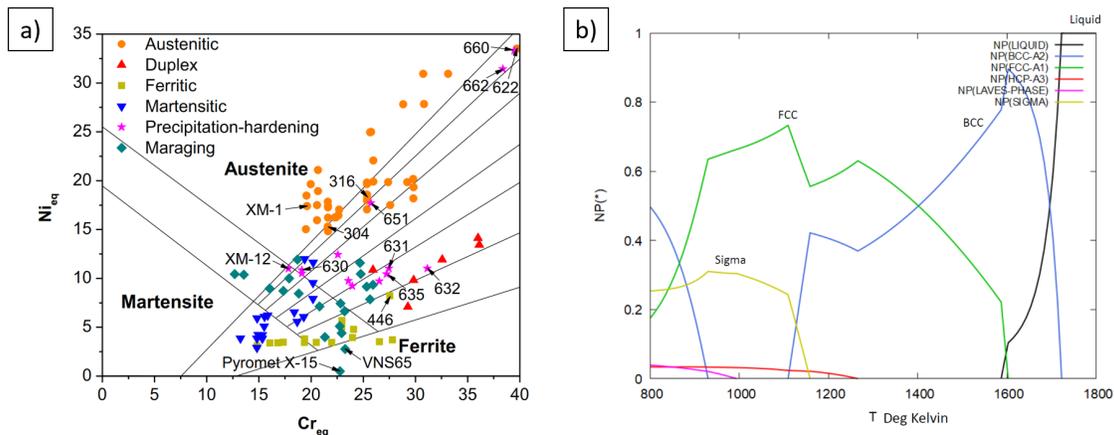


FIGURE 1.7 – (a) Diagramme de Schaeffler avec l'analyse des aciers inoxydables communs selon le calcul de chrome et nickel équivalent avec les coefficients des auteurs [Zhang et al., 2021a] et (b) Calcul d'équilibre des phases en fonction de la température (en Kelvin) pour l'acier inoxydable super duplex 2507 réalisé par OpenCalphad.

1.1.4 Phases primaires

Les deux phases dites "primaires" ou "principales" pour un acier inoxydable duplex sont les phases ferritiques et austénitiques. Chacune d'elle présente sa propre structure cristallographique, des zones d'existence spécifiques liées à l'histoire thermique et impacte la matière finale de manière différente. Ce qui suit donne un aperçu concernant ces diverses informations, qui doivent être prises en compte lors de la fabrication en fonction des propriétés et de l'utilisation souhaitées pour le matériau final.

Ferrite

La ferrite (phase α) est une des deux phases primaires des aciers inoxydables duplex, dont la structure cristallographique est cubique centrée (ou BCC pour "Base Centered Cubic" en anglais) avec un paramètre de maille $a = 0,285-0,289$ nm [Li, 2019]. Cette phase est magnétique, sauf lors d'une utilisation à une température supérieure à 770°C (température de Curie pour la ferrite). Pour les aciers duplex, la phase ferritique est celle stable dès le passage de l'état liquide à solide, autour des 1500°C. Ceci est observable sur le diagramme de phase figure 1.8, dans le domaine grisé correspondant aux compositions chimiques des aciers duplex austéno-ferritiques. Les éléments d'alliage "alpha-gènes" sont des éléments qui permettent de stabiliser la phase ferritique, qui se fait aux dépens de la phase austénitique (le ratio ferrite/austénite dans un acier inoxydable duplex évolue en faveur de la ferrite avec l'ajout d'éléments α -gènes). Le principal élément jouant ce rôle est le chrome, mais le molybdène, le silicium ou le titane par exemple prétendent aussi à cette capacité.

Austénite

La phase γ (austénite) est la seconde phase primaire des aciers inoxydables duplex. Elle a une structure cubique à faces centrées (ou FCC pour "Face Centered Cubic" en anglais) de paramètre de maille $a = 0,358-0,362$ nm [Li, 2019]. À l'inverse de la ferrite, l'austénite est amagnétique. La formation de cette phase a lieu à plus basse température que la ferrite, entre 1200 et 650°C (lors du refroidissement de l'acier inoxydable duplex). L'austénite se forme dans un premier temps aux joints de grains ferritiques, avant de croître vers l'intérieur de ces mêmes grains. En parallèle de cette croissance, des îlots austénitiques se forment à l'intérieur des grains de ferrite. La création et l'accroissement des grains austénitiques sont facilités par des éléments d'alliage dits "gammagènes", principalement le nickel, le manganèse et l'azote.

1.1.5 Phases secondaires, précipités et intermétalliques

Les aciers super duplex peuvent présenter de fort taux d'impuretés si les conditions de fabrication ou de trempe ne sont pas bien respectées. Selon les nuances de ces aciers, et plus exactement de la proportion de chaque élément chimique, des phases secondaires, intermétalliques et précipités peuvent se révéler entre 300°C et 1050°C. Cet intervalle peut se diviser en deux parties. La première entre 300°C et 550°C va être particulièrement favorable à la précipitation notamment de phase α' et phase G [Maetz, 2014], tandis que la seconde jusqu'à 1050°C va entraîner la formation de nitrures, carbures et intermétalliques (comme par exemple la phase σ) (voir figure 1.8). L'ensemble de ces éléments constitutifs de la microstructure peuvent apparaître au moment de la fabrication (chauffe et refroidissement), mais aussi lors de la réalisation d'un traitement thermique (ou vieillissement).

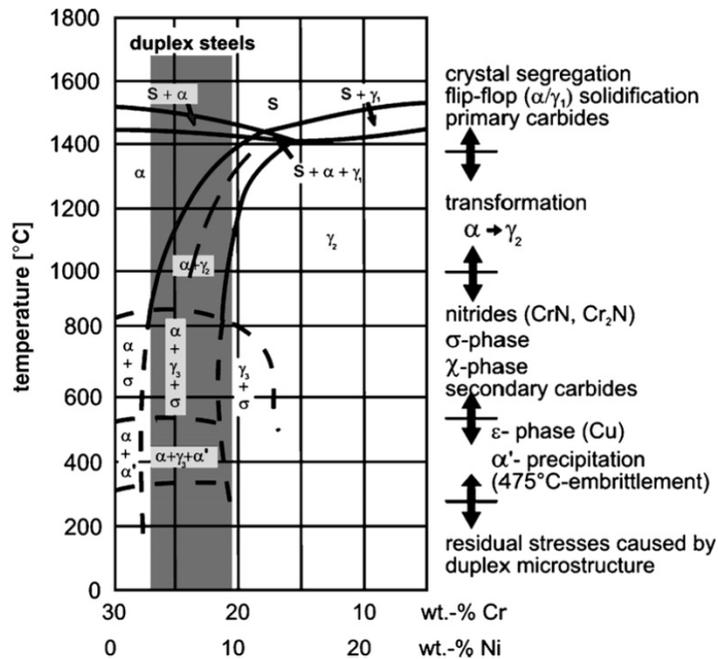


FIGURE 1.8 – Diagramme de phase pseudo-binaire Fe-Cr-Ni à la section 70% Fe [Pohl et al., 2007].

Phase σ

La phase σ est une phase intermétallique particulièrement riche en chrome et molybdène. La précipitation de celle-ci est due à une transformation eutectoïde de la ferrite. Durant ce mécanisme, la ferrite se transforme en austénite (spécifiquement appelée austénite ternaire γ_3 car son mécanisme d'apparition est très différent des autres) et en phase σ . Cette dernière se forme alors à l'interface ferrite-austénite en direction de la ferrite. Entre 650°C et 800°C, la morphologie des grains est pratiquement lamellaire. Vers 900°C celle-ci devient plus grossière en raison d'un taux de diffusion devenant élevé à partir de cette température (voir figure 1.9) [Pohl et al., 2007]. Comme tous les précipités et phases étudiés dans cette partie, la phase σ a un impact négatif sur les propriétés, à la fois mécanique et électrochimique, de l'acier duplex. En effet, elle rend sensible l'interface ferrite-austénite à la corrosion localisée, et étant reconnue comme une phase fragile, elle contribue à rendre ce type d'acier plus fragile et sensible à la fatigue ainsi qu'à la fissuration.

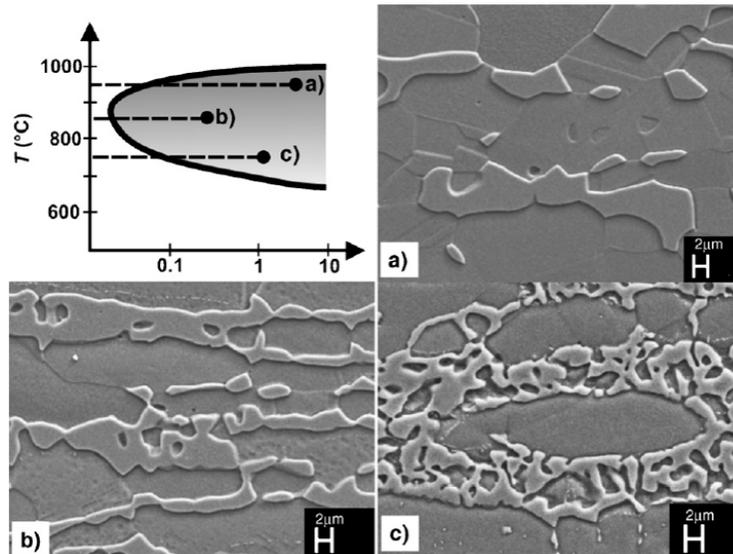


FIGURE 1.9 – Morphologie de la phase σ aux iso-températures : (a) 950°C, (b) 850°C et (c) 750°C [Pohl et al., 2007].

Nitrures

Les nitrures les plus fréquemment observées dans les aciers duplex sont de type Cr_2N . Ces derniers peuvent apparaître entre 600°C et 1050°C. Plus spécifiquement, le Cr_2N peut être issu d'une précipitation discontinue (aussi appelée précipitation cellulaire) au niveau des joints de grains avec une teneur importante en azote dans la zone austénitique. La morphologie du Cr_2N est le plus communément lamellaire à cause de son apparition par précipitation discontinue, mais peut aussi exister sous forme de film ou plaquette dans les zones affectées thermiquement après soudage [Maetz, 2014]. D'autres nitrures, comme le M_2N (où $M=Cr,Fe,Mo$), peuvent précipiter. Pour le M_2N , des aiguilles peuvent être aperçues pour des températures situées entre 700°C et 900°C. La précipitation se fait dans les grains de ferrite, et peut être accrue lors d'un refroidissement rapide de l'acier duplex (comme avec du soudage) [Ramirez et al., 2003]. Les nitrures ne font pas exception à l'affaiblissement des propriétés mécaniques et de corrosion des aciers duplex.

Carbures

Les carbures, notamment de chrome, germent en différentes localisations. Le plus répandu de ces carbures : $M_{23}C_6$ (où $M=Cr,Fe,Mo$), peut se retrouver au niveau des joints de grains ou de macles, mais aussi aux abords des dislocations et même sur certains autres précipités [Baumhauer, 2012]. En fonction des températures de traitement thermique, les carbures apparaissent de manière plus ou moins rapides. Pour la gamme haute (700°C à 900°C), une exposition inférieure à 30 minutes suffit à précipiter du $M_{23}C_6$ comme sur la Figure 1.10, alors que pour des températures plus faibles, descendant jusqu'aux alentours de 550°C le temps nécessaire à leur apparition est bien plus long. La présence de carbures dans un acier duplex amène à une diminution de la résistance à la corrosion, et plus particulièrement à la corrosion intergranulaire.

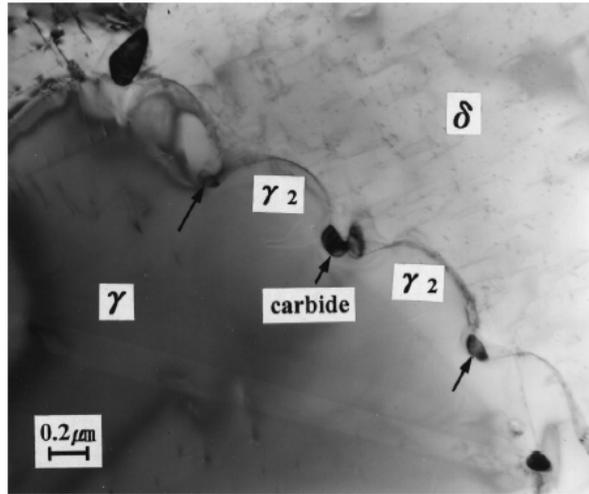


FIGURE 1.10 – Carbures $M_{23}C_6$ à l'interface ferrite-austénite dans un acier duplex 2205 après 15 minutes à 800°C (cliché MET) [Lee et al., 1999].

Le rôle de l'histoire thermique induite par la fabrication est donc d'une importance cruciale. Elle peut mener à l'apparition ou non de certaines phases, qui peuvent renforcer ou affaiblir les propriétés du matériau. Ce point est d'autant plus important à souligner que la littérature rapporte des histoires thermiques de fabrication très différentes pour les procédés de fabrication additive [Essongue et al., 2022, Edwards et al., 2023].

1.2 La fabrication additive métallique

Dans cette partie vont d'abord être développés les avantages et inconvénients de la fabrication additive par rapport aux procédés conventionnels, suivi d'une description et comparaison des différents types de fabrication additive. Pour finir, une étude plus approfondie du procédé "Laser Powder-Direct Energy Deposition" est faite. L'intérêt de ce procédé, qui est celui de l'étude, est de pouvoir étudier un couple "matériau-procédé" encore peu développé. Cette motivation est couplée au fait que de la réparation ou de l'hybridation pourraient être menées à terme, actions très intéressantes d'un point de vue économique et écologique.

1.2.1 Généralités sur la fabrication additive métallique

La fabrication additive (FA) représente l'ensemble des procédés de fabrication fonctionnant par ajout de matière. L'élaboration des pièces se fait couche par couche, à partir généralement d'une maquette numérique de conception 3D. Cette famille de procédés s'oppose donc par nature aux procédés conventionnels dits de "mise en forme", comme le forgeage ou le moulage, ou de "soustraction", à l'image de l'usinage. Pour faire un retour historique sur le développement de la FA, il faut se replonger au siècle dernier. En effet, même si des prémices peuvent être constatées avant, les années 1970 marquent le véritable développement de la fabrication additive telle qu'elle existe aujourd'hui. À cette période, plusieurs groupes de recherche s'intéressent à l'élaboration et l'utilisation du premier type d'impression 3D qui fut historiquement créé : la stéréolithographie (SLA). La première utilisation majeure de cette technique est le prototypage de pièces en polymère. Durant la même décennie les technologies de frittage sélectif par Laser (ou SLS pour "Selective Laser Sintering") et de dépôt de fil (ou FDM pour "Fused Deposition Modelling") se développent également. Il faut cependant attendre au minimum les années 1980 pour voir s'ouvrir ce type de fabrication à d'autres familles de matériau comme les céramiques ou les métaux [Bourell et al., 2009, Chabot, 2020].

Comparativement aux procédés plus conventionnels, la FA possèdent certains avantages :

- Une liberté de conception bien plus importante : en effet la complexité géométrique des pièces fabriquées peut être accrue sans poser de problème à l'extraction de celle-ci, comme par exemple avec le démoulage, sur des procédés type thermoformage ou moulage. Les contraintes de fabrication sont aussi beaucoup moins nombreuses, notamment si la surface est laissée en l'état (pas d'accessibilité nécessaire pour effectuer de l'usinage). Ces technologies peuvent permettre aussi de réduire les assemblages (voir figure 1.11), ce qui ajoute un plus quant à la simplicité de fabrication des pièces.

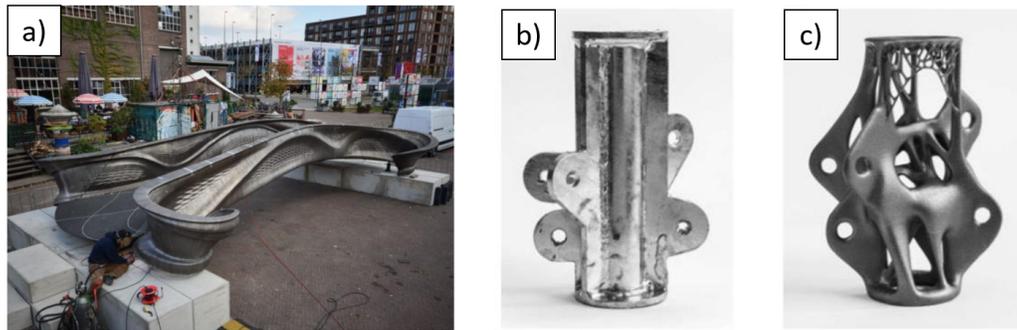


FIGURE 1.11 – (a) Pont de 12 mètres réalisé par impression 3D (implanté sur certains canaux d'Amsterdam), (b) Pièce d'assemblage mécano-soudée et (c) son équivalent envisageable en un bloc réalisé en impression 3D [Ali et al., 2022].

- Une réduction de la matière utilisée : cette nouvelle façon de concevoir amène à fabriquer les pièces avec la juste proportion de matériau nécessaire, a contrario d'un bloc duquel on vient extraire de la matière pour en obtenir la forme finale. Cet argument est à nuancer en fonction du rendement de la machine (défini comme la masse de matière produite divisée par celle utilisée, qui peut être un problème notamment pour des procédés utilisant de la poudre en tant que matière première) et des supports nécessaires pour l'impression, avec un potentiel substrat (plaque sur laquelle l'impression de la première couche vient se faire) et/ou des "maintiens" (colonnes ou structures imprimées venant soutenir la pièce imprimée si celle-ci est trop inclinée dans le vide ou en hauteur par rapport à un point de référence, cf. figure 1.12(a)). Il est aussi possible de venir réparer les pièces [Telmen, 2023] de manière plus aisée et même de réaliser des structures lattices (voir figure 1.12(b)), pouvant être optimisées (notamment par optimisation topologique ou "layout optimization" [Stragiotti et al., 2022], cf. figure 1.11(c)).

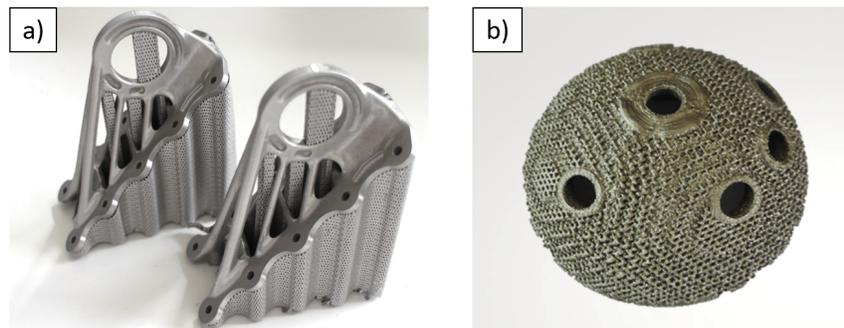


FIGURE 1.12 – Composants en titane fabriqués par des procédés de fabrication additive métallique par fusion sur lit de poudre : (a) Support de cabine de l'Airbus A350 XWB avec supports en structures lattices et (b) Implant médical fabriqué en structures lattices [Childerhouse and Jackson, 2019].

- Un plus large panel de possibilités de fabrication de pièces multimatériaux à gradient (pièces dont la composition chimique diffère spatialement et de façon non strictement catégorique) [Loh et al., 2018, Ahsan et al., 2020, Bandyopadhyay et al., 2020] : il existe bien des techniques conventionnelles pour réaliser de ce type de matériaux, comme l'électro-déposition ou la projection thermique, cependant elles présentent des limites quant à la finesse des gradients pouvant être obtenus (variation de la

composition tout au long de la pièce). Certains procédés d'impression 3D, principalement la projection de poudre et le dépôt par fil fondu, pallient à ce problème en proposant l'utilisation de métaux et céramiques pour le premier et de polymères en plus pour le second [Muller, 2013] (cf. figure 1.13).

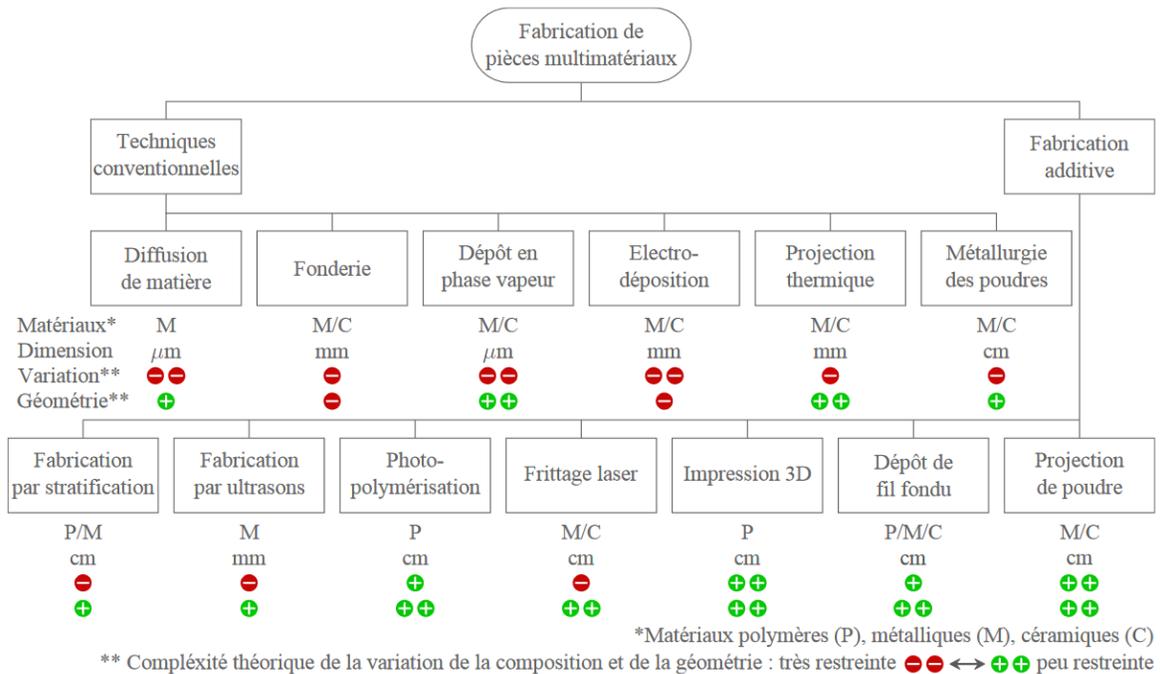


FIGURE 1.13 – Comparaison des méthodes de fabrication pour des multimatériaux [Muller, 2013].

Cependant des inconvénients restent encore présents :

- Une cadence de production de pièces limitée : la vitesse de fabrication est bien plus lente (au minimum quelques heures, jusqu'à plusieurs jours) en comparaison avec les procédés conventionnels (de quelques secondes à quelques heures) une fois que les infrastructures sont mises en place (lignes de fabrication, moules, etc...). Ce constat est d'autant plus vrai que le travail à la chaîne réduit le temps entre deux pièces fabriquées.
- Les matériaux utilisables en fabrication additive : bon nombre de matériaux ne sont encore que peu étudiés, que ce soit à cause de la disponibilité des matières premières (poudres, fils, etc...) ou des difficultés à imprimer les matériaux non soudables. Cela complique l'utilisation à plus grand échelle et par un plus grand nombre de personnes, d'autant plus que les propriétés du matériau imprimé sont parfois très différentes de ce qui est connu vis-à-vis des procédés conventionnels (cf. section 2.2).

La fabrication additive métallique, aussi nommée par son acronyme FAM (ou MAM en anglais pour "Metallic Additive Manufacturing"), connaît cependant un important essor depuis plusieurs décennies. En effet des techniques diverses et variées se développent. Selon la norme [ISO/ASTM :52900, 2021], deux catégories de procédés FAM semblent émerger et arriver aujourd'hui à maturation : les procédés dits "de frittage" et ceux dit "de fusion". Bien évidemment d'autres technologies existent et continuent de voir le jour, mais cet ensemble donne un aperçu global de la FAM. Trois différentes familles sont distinguées pour les procédés FAM de frittage :

- L'impression par "extrusion de matière" (Material Extrusion) repose sur une matière première sous forme de filament ou des granules en polymère ou cire contenant des particules métalliques (exemple figure 1.14(a)). Cette matière est chauffée et déposée par la buse sur la surface de fabrication. Une fois la fabrication achevée, des phases de déliantage et de frittage sont nécessaire afin d'enlever le polymère ou la cire initialement dans la matière première et d'obtenir le produit fini.
- L'impression par "jet de liant" (Binder Jetting) consiste en la solidification locale de poudre par l'intervention d'un liant (exemple figure 1.14(b)). Dans les faits, une fine couche de poudre est déposée sur le plateau de fabrication par-dessus laquelle une tête d'impression vient déverser des gouttelettes de liquide liant aux endroits souhaités. Une lampe thermique vient alors réaliser une passe sur les zones

concernées pour solidifier ces dernières. L'itération est alors répétée en abaissant le plateau et ajoutant une nouvelle couche de poudre. Après nettoyage des pièces, des post-traitements sont nécessaires pour récupérer une pièce uniquement métallique avant l'utilisation.

- L'impression par "jet de matière" (Material Jetting) est une technologie souvent assimilée au fonctionnement d'une imprimante "standard" à jet d'encre cumulée à l'utilisation de photopolymères (exemple figure 1.14(c)). Au niveau de la FAM, le procédé employé est le "NanoParticule Jetting" (NPJ). Le liquide, contenant les nanoparticules de métal, est projeté très finement sur le substrat ou plateau de construction. La température de l'enceinte de fabrication est ensuite suffisamment élevée pour mener à l'évaporation du liquide transporteur de matière, permettant ainsi d'en retirer la pièce imprimée.

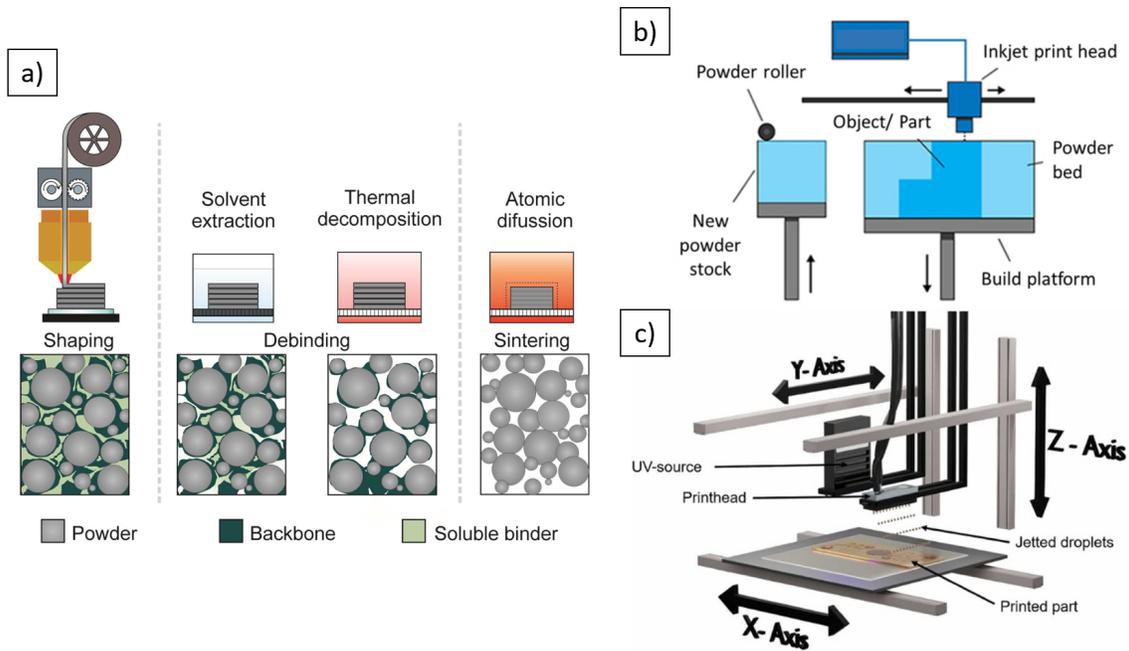


FIGURE 1.14 – Exemples de procédés de fabrication additive par frittage : (a) Material Extrusion [Gonzalez-Gutierrez et al., 2018], (b) Binder Jetting [DebRoy et al., 2018] et (c) Material Jetting [Elkaseer et al., 2022].

En ce qui concerne les procédés FAM de fusion, deux grandes familles se dessinent :

- L'impression sur "lit de poudre" (Powder Bed Fusion) reprend l'intention globale de l'impression par jet de liant. Cependant ici la poudre, étalée tel un lit de poudre sur le plateau d'impression, va être directement fondue par l'intermédiaire soit d'un laser (L(B)-PBF pour "Laser (Beam) Powder Bed Fusion", procédé aussi nommé SLM pour "Selective Laser Melting" - exemple figure 1.15(a)), soit par faisceau d'électrons (EB-PBF pour "Electron Beam Powder Bed Fusion" ou EBM pour "Electron Beam Melting").
- L'impression par "dépôt sous énergie concentrée" (Directed Energy Deposition), quant à elle, se rapproche de l'impression par extrusion de matière. En effet la matière première va être amenée jusqu'à la buse et être fondue sur le substrat de fabrication. La matière première peut avoir différentes formes : fil ou poudre métallique. Les sources d'énergie sont aussi variées : l'arc électrique, principalement utilisé pour le procédé WAAM "Wire Arc Additive Manufacturing" avec du fil comme matière première, le faisceau d'électrons qui amène au procédé de fusion de fil métallique EB-DED "Electron Beam-Direct Energy Deposition" (exemple figure 1.15(b)), et le faisceau laser, procédé qui va être traité dans cette thèse.

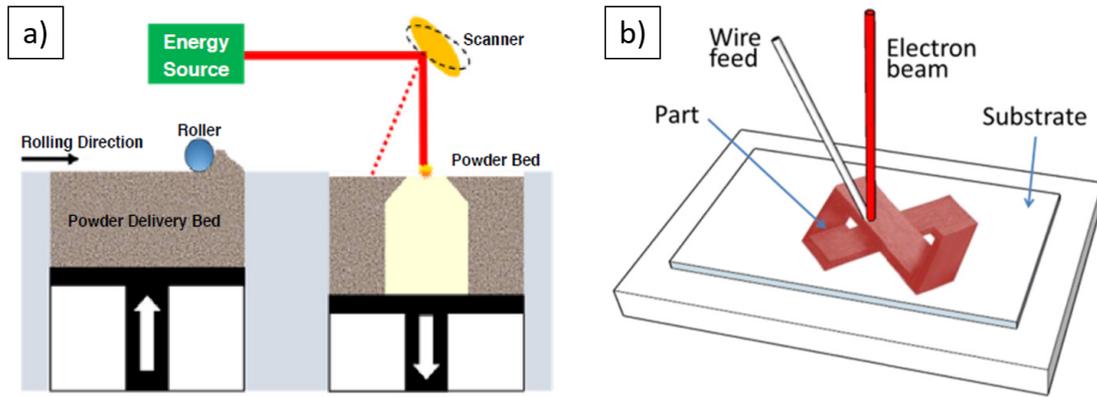


FIGURE 1.15 – Exemples de procédés de fabrication additive de fusion : (a) L-PBF [Bandyopadhyay et al., 2020] et (b) EB-DED [DebRoy et al., 2018].

Pour chacune des familles discutées au-dessus, le tableau 1.3 propose un condensé des avantages et inconvénients. Ces points positifs ou négatifs ont vocation à servir de comparaison entre les procédés de fabrication additive et non pas avec les procédés conventionnels, étant donné que les grandes lignes de cette dernière comparaison ont été exprimées un peu plus haut dans cette section.

Le procédé choisi pour l'étude est le procédé de FAM "Laser Powder-Direct Energy Deposition". Le choix a été motivé par la résolution fidèle des impressions demandées (dimensions des pièces et état de surface correct) grâce à la possibilité d'impression de couches fines, notamment comparé au procédé WAAM, et la possibilité dans le cadre du projet QUADS dans lequel s'inscrit cette thèse de réaliser de l'hybridation en utilisant ce procédé sur des pièces issues de fabrication L-PBF.

Procédé	Avantages	Inconvénients
Impression par extrusion de matière	<ul style="list-style-type: none"> • Coût faible en équipement • Facile d'utilisation • Production rapide et peu cher pour du prototype • Possibilité de produire du multi-matériaux en mixant différents types, comme métal et thermoplastique 	<ul style="list-style-type: none"> • Usage réservé aux métaux à basse température de fusion (ainsi que polymères et composites) • Convient peu à la fabrication de pièces fonctionnelles • Limité au niveau des propriétés mécaniques • Possibilité d'oxydation
Impression par jet de liant	<ul style="list-style-type: none"> • Processus assez rapide de fabrication • Gamme de matériaux très importante et variée : métaux, polymères et céramiques • Grand nombre de combinaisons poudre-liant envisageables (ce qui induit une grande variété de propriétés mécaniques) 	<ul style="list-style-type: none"> • Ne convient pas toujours aux pièces structurales, à cause du liant. • Un post-traitement supplémentaire peut allonger considérablement la durée du processus global de fabrication.
Impression par jet de matière	<ul style="list-style-type: none"> • Bonne précision et état de surface • Possibilité de produire du multi-matériaux 	<ul style="list-style-type: none"> • Gammes de matériaux peu développées, en particulier pour les métaux • Nécessite des supports de fabrication
Impression sur lit de poudre	<ul style="list-style-type: none"> • Intéressant pour les géométries complexes • Pas besoin de substrat/support de fabrication • État de surface très correct par rapport aux autres procédés FAM 	<ul style="list-style-type: none"> • Pas de possibilité de faire de l'impression multi-matériaux • Un traitement thermique post-fabrication peut être nécessaire dans certains cas (à cause d'un refroidissement trop rapide de la matière, cf. tableau 2.1)
Impression par dépôt sous énergie concentrée - poudre	<ul style="list-style-type: none"> • Contrôle envisageable sur la microstructure de structure dense • Fabrication de pièces multi-matériaux et à gradient de matériaux réalisable • Possibilité d'hybridation 	<ul style="list-style-type: none"> • Substrat nécessaire à l'impression • Plus compliqué de réaliser de pièces à géométrie complexe que d'autres procédés FAM • Nécessité potentiel d'un traitement thermique post-fabrication (à cause d'un refroidissement trop rapide de la matière, cf. tableau 2.1)
Impression par dépôt sous énergie concentrée - fil	<ul style="list-style-type: none"> • Facilité d'utilisation et de transport de la matière première utilisée • Rapidité d'impression pour un procédé FAM 	<ul style="list-style-type: none"> • Précision relativement faible pour un procédé FAM • Obligation d'usiner après l'impression à cause d'un état de surface très rugueux

TABLEAU 1.3 – Comparatif des procédés de fabrication additive métallique avec leurs avantages et inconvénients [Mireles et al., 2012, DebRoy et al., 2018, Gonzalez-Gutierrez et al., 2018, Bandyopadhyay et al., 2020, Singh et al., 2020].

1.2.2 Procédé de fabrication additive "Laser Powder-Direct Energy Deposition" (LP-DED)

Le dépôt de matière sous énergie concentrée ou "Direct Energy Deposition" (DED) en anglais est une technique de fabrication additive ayant pour principe de venir faire fondre un matériau d'apport afin de déposer de la matière sur une zone ciblée. Le dépôt de poudre sous énergie laser concentrée (LP-DED) peut être considéré comme l'un des principaux processus de fabrication additive métallique et a suscité beaucoup d'intérêt dans de nombreux domaines industriels, notamment la défense, les transports et l'aérospatiale [Roy et al., 2019, Guévenoux et al., 2020, Altuncu and Tarim, 2020]. Dans ce manuscrit le procédé LP-DED (dont l'appellation "Laser Powder-Direct Energy Deposition" sera aussi utilisée pour le dénommer), est le procédé de fabrication additive spécialement choisi pour l'étude. La matière première exploitée est, comme le nom LP-DED l'indique, sous forme de poudre et un faisceau laser est utilisé comme source d'énergie permettant la fusion du matériau d'apport. Défini comme énoncé ci-dessus, beaucoup d'autres appellations sont utilisées pour nommer ce procédé de FAM (cf. tableau 1.4, contenant une liste des synonymes utilisés et connus à ce jour par l'auteur).

Nom	Sigle	Référence
Direct Energy Deposition	DED	[Telmen et al., 2023]
Direct Laser Deposition	DLD	[Jiang et al., 2022]
Direct Metal Laser Deposition	DLMD	[Sibisi et al., 2020]
Laser Aided Manufacturing Process	LAMP	[Singh et al., 2018]
Laser Cladding	LC	[Altuncu and Tarim, 2020]
Laser Directed Energy Deposition	LDED	[Arias-González et al., 2021]
Laser Engineered Net Shaping	LENS	[Razavi and Berto, 2019]
Laser Metal Deposition	LMD	[Milhomme et al., 2021]

TABLEAU 1.4 – Liste des désignations aussi utilisées pour le procédé étudié.

La poudre est, contrairement au procédé L-PBF, amené jusqu'à la zone de travail pour y être fondue. Le processus d'un point de vue machine est décrit juste dessous et visible sur la figure 1.16.

La poudre est initialement contenue dans un bol de réserve. Schématiquement un entonnoir, disposé dans la zone inférieure du bol (en-dessous de la poudre en réserve), fait écouler la matière première sur un plateau en rotation. Un racleur, positionné au même niveau que le plateau, va venir rabattre la poudre de celui-ci vers un conduit débouchant dans l'enceinte d'impression. La poudre est convoyée grâce à un gaz porteur neutre jusqu'à l'enceinte, et plus précisément dans la buse. Bien qu'il existe différentes formes de buses d'impression, chacune d'elles doit être composée au minimum d'une sortie pour le flux de poudre, d'une autre pour le faisceau laser et d'une dernière pour l'arrivée de gaz de protection. L'intersection entre le faisceau laser et le flux de poudre se fait au niveau de la zone d'impression, pouvant être représentée soit par le substrat soit par la précédente couche d'impression. À cette intersection un bain de fusion est créé, permettant ainsi au matériau d'apport fondu (ou en cours de fusion) de venir s'intégrer à la matière déjà présente. Le dépôt de matière se fait ainsi sous forme de cordons. Pour effectuer chaque couche, un ensemble de cordons est réalisé de sorte à effectuer la forme désirée, en suivant une stratégie de dépôt définie. La stratégie de dépôt est la feuille de route que doit suivre la buse pour imprimer chaque couche. Par exemple, est-ce que la couche est d'abord détournée avant d'être remplie, est-ce que les cordons d'une même couche sont tous imprimés dans le même sens ou non, est-ce que l'orientation des cordons change à chaque nouvelle couche imprimée, etc... Ces différences induisent des histoires thermiques perçues par la matière singulières et pouvant affecter les propriétés du matériau [Brázda et al., 2021, Roucou et al., 2023].

En outre, le procédé LP-DED fait partie des procédés de FAM pouvant être utilisés pour fabriquer des matériaux à gradients fonctionnels avec des propriétés localement souhaitées en connectant plusieurs alimentations de matériaux et en ajustant de façon sélective leur approvisionnement [Loh et al., 2018, Bandyopadhyay et al., 2020].

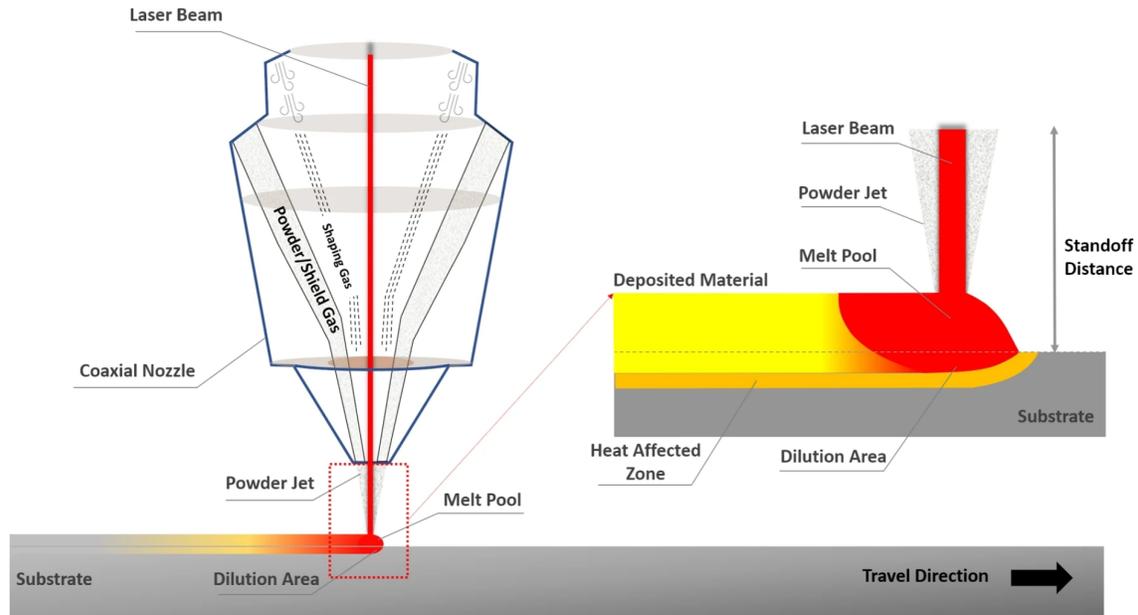


FIGURE 1.16 – Schéma de fonctionnement de l'impression du procédé de FAM "Laser Powder-Direct Energy Deposition" (LP-DED) [Telmen et al., 2023].

Il existe de nombreux paramètres pouvant avoir un effet sur la qualité de fabrication par procédé LP-DED. Ils peuvent être liés aux matériaux utilisés pour l'impression (poudre et substrat), au laser, à l'environnement de la machine, à la manière dont est apportée la poudre jusqu'à la buse ou même à la façon d'imprimer [Telmen et al., 2023].

Parmi les nombreux paramètres identifiés qui influencent l'état de matière final, un grand nombre d'entre eux sont des paramètres posant des conditions et/ou limites de fabrication. Par exemple, le fait de pouvoir rendre inerte ou non la chambre d'impression conditionne l'utilisation de certaines poudres comme celle contenant du titane. De même, le diamètre du faisceau laser limite la largeur maximale de cordon pouvant être obtenue. Des interactions aussi sont envisageables entre les paramètres. Ainsi, si le diamètre de la buse est bien plus important que celui du laser, il se peut que la poudre projetée ne puisse pas fondre correctement et former de la matière comme souhaitée. Les critères impactant principalement les impressions, aussi appelés "de premier ordre", sont répertoriés dans le tableau 1.5. Les principales influences de chacun de ces paramètres y sont aussi données. La stratégie d'impression peut être classée pour certains parmi les critères de premier ordre. Cependant, son influence est extrêmement variable en fonction de la pièce fabriquée : pleine, creuse, fine, formes spécifiques et/ou alambiquées, autant de possibilités qui permettent difficilement de définir les contours des répercussions dans un cas général d'utilisation.

Paramètres de premier ordre	Unités	Impacts des paramètres
Puissance du laser (P)	W	<ul style="list-style-type: none"> — Dilution (section 2.4 et figure 2.11) — Porosité — Microstructure
Vitesse de lasage (v)	mm/min	<ul style="list-style-type: none"> — Géométrie des cordons, murs et volumes (section 2.4) — Régularité des murs et volumes (section 2.4) — Microstructure
Débit massique de poudre (Q)	g/min	<ul style="list-style-type: none"> — Géométrie des cordons — Rendement du procédé

TABEAU 1.5 – Paramètres du premier ordre dans l'impression par procédé LP-DED.

1.3 Conclusion du chapitre

Ce chapitre a permis de retracer le chemin parcouru avant l'obtention des aciers inoxydables super duplex, d'un point de vue historique mais aussi procédé, tout en traitant les différences avec les autres aciers inoxydables. Ce type d'acier présente des propriétés intéressantes de par le mélange microstructural qui le compose. En effet, après une succession de tentatives, les alliages d'acier duplex aujourd'hui obtenus proposent une tenue à la corrosion bien meilleure que les aciers austénitiques, précédemment considérés comme la référence, surtout lorsque la sévérité de l'environnement est accrue tout en conservant globalement le meilleur des deux "mondes", ferritiques et austénitiques, sur des propriétés mécaniques sous sollicitations uniaxiales.

Malgré tous leurs avantages, les aciers inoxydables duplex sont des alliages dont la mise en forme de qualité peut être compliquée. Les précipités et autres phases intermétalliques, pouvant être formés lors d'un refroidissement lent de par la multitude d'éléments d'alliage présents, sont pour cette gamme d'acier très néfastes en rendant le matériau plus fragile et sensible à la corrosion.

Ce défi semble d'autant plus important si les aciers duplex sont élaborés par fabrication additive, à cause de l'histoire thermique vue au cours du procédé et donc d'une microstructure bien différente de celle obtenue par l'intermédiaire des procédés conventionnels.

La fabrication additive possède tout de même bien des avantages en comparaison des procédés conventionnels : une plus grande liberté de conception, une facilité de réalisation de prototype, une économie de matière utilisée ou encore des possibilités accrues de fabrication de matériaux à gradients. Cependant des inconvénients sont tout de même à souligner comme le fait que la cadence de production reste bien inférieure à ce qui peut être réalisée avec des procédés conventionnels, ou que la disponibilité de matières premières est encore restreinte ce qui amène à une production modérée d'études et donc d'emplois pour des utilisations plus larges.

La fabrication additive englobe un très grand nombre de procédés, et de nouveaux continuent d'émerger. À partir de matière première métallique, trois procédés se démarquent :

- Laser-Powder Bed Fusion (L-PBF) : Le procédé lit de poudre avec une source d'énergie laser offre des possibilités géométriques très intéressantes, le tout en gardant un état de surface correct en comparaison avec les autres procédés FAM. En revanche les gradients thermiques induits par ce procédé, avec un refroidissement très rapide des pièces imprimés, peuvent porter tort à ce procédé et nécessiter un post-traitement ;
- Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) : Ce procédé arc-fil est une technologie se rapprochant très fortement du soudage. Le dépôt de matière réalisé avec ce procédé est parmi les plus rapides des procédés de FAM, cependant il souffre d'une rugosité finale obtenue très importante, ce qui implique souvent un usinage après fabrication d'une partie des surfaces ;
- Laser Powder-Directed Energy Deposition (LP-DED) : Bien que plus lent dans la fabrication de pièces que les deux procédés précédents, il est celui proposant un contrôle plus pointu (et complexe) de l'impression, et donc de la microstructure. Il fait aussi partie des procédés ayant les capacités de réaliser de l'hybridation et des matériaux à gradient.

C'est ce dernier procédé autour duquel les travaux de ce manuscrit sont orientés. Malgré l'important nombre de paramètres pouvant exister, les trois principaux influençant la production sont :

- La puissance du laser ;
- La vitesse de lasage ;
- Le débit massique de poudre.

Il apparaît donc comme important de réaliser une étude sur l'influence de ces paramètres pour connaître plus précisément leur impact en fonction de la composition chimique de la matière première.

Dès lors, la suite du manuscrit s'applique à vouloir répondre aux problématiques globales : Quelles sont les capacités envisageables et atteignables du couple LP-DED/Acier inoxydable super duplex 2507 ? Et dans quelle mesure une gestion de la microstructure via ce procédé et un post-traitement ou non peut venir modifier la tenue d'un point de vue mécanique et/ou électrochimique de cet alliage ?

Sous ces deux grands questionnements, une trame par étapes est établie pour mener du mieux possible cette recherche de réponses :

- Déterminer les paramètres de fabrication du procédé LP-DED pour garantir une qualité optimale du matériau à partir de poudre d'acier inoxydable super duplex 2507.
- Analyser l'impact d'un traitement thermique sur la microstructure, notamment sur la répartition des phases, l'uniformité ou non des grains et leur taille.
- Évaluer l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques sous sollicitations monotones ainsi que sur la résistance à la corrosion.
- Analyser l'impact sur les propriétés en fatigue à longue durée de vie de la microstructure et de la porosité.

Le prochain chapitre s'attarde notamment sur les deux premiers points, en proposant une démarche expérimentale permettant l'obtention d'impressions saines mais aussi en observant et comparant les microstructures obtenues directement après impression ou après avoir effectué un traitement thermique en complément.

Chapitre 2

Caractérisation nominale du couple matériau-procédé SAF2507 - LP-DED brut de fabrication et après différents traitements thermiques

2.1 Introduction

Avant d'évaluer les propriétés des matériaux obtenus par des procédés de FA, il est d'usage de procéder à une étude préliminaire dite "de fabricabilité". Le but est d'obtenir une base matière saine, avant de caractériser le matériau. Une étude de fabricabilité repose sur la validation successive de pièces et d'objectifs visés pour arriver à cette finalité.

Dans le cas du procédé "Laser Powder-Direct Energy Deposition", cela peut passer par la production de différentes structures avant la pièce finale souhaitée : des mono-cordons, des parois ou murs fins, des blocs, etc. Les essais de fabrication se font sur de larges plages paramétriques, en général simplement limitées par les capacités de la machine. Néanmoins, en fonction des études précédemment menées sur des matériaux proches, les plages de paramètres testées peuvent être réduites.

Parmi les paramètres généralement à l'étude, la puissance du laser, la vitesse de lasage et le débit massique de poudre sont usuellement explorés car ces derniers ont un impact de premier ordre sur les impressions (cf. tableau 1.5) et qu'ils sont plus faciles à modifier que d'autres paramètres plus ancrés à la machine, comme au niveau de la buse (variation du diamètre de la buse) ou du gaz protecteur (modification du gaz protecteur utilisé). Au fur et à mesure des étapes d'optimisation, le nombre de jeux de paramètres possibles est réduit jusqu'à obtenir le jeu optimal par rapport à nos enjeux et objectifs [El Cheikh et al., 2012a, El Cheikh et al., 2012b, Bax et al., 2018, Milhomme et al., 2021, Maier et al., 2022].

Une fois l'étude de fabricabilité terminée et le jeu de paramètres d'impression choisi, la microstructure de la matière imprimée est observée. Des comparaisons entre celles obtenues par fabrication additive et celle observée pour un procédé de fabrication dit conventionnel sont menées. Les points de comparaison sont de façon générale la taille et forme des grains, la texture cristallographique et l'homogénéité de la microstructure. Dans le cadre de l'étude d'un acier inoxydable duplex, la proportion de phases fait aussi partie des éléments pris en compte.

Comme les microstructures obtenues par fabrication additive sont généralement très hétérogènes, la question d'appliquer un traitement thermique se pose [Hengsbach et al., 2017, Papula et al., 2019]. L'influence du traitement thermique est étudiée sous le prisme de la microstructure du matériau, mais aussi de l'évolution induite sur les propriétés mécaniques sous chargement monotone, comme en traction uniaxiale ou lors d'un essai de dureté.

Dans la suite de ce chapitre, les résultats portés sur la fabricabilité de l'acier inoxydable super duplex 2507 par procédé LP-DED (avec la machine BeAM Mobile-004, voir section 2.3.1) ainsi que la microstructure développée par le matériau brut de fabrication, en comparaison avec le matériau forgé, sont publiés dans l'article [Ballésio et al., 2024].

2.2 État de l'art

Cet état de l'art se veut partir d'aspects généraux rencontrés en fabrication additive comme les types de défauts pouvant être engendrés par ce genre de procédés de fabrication, ou encore les microstructures atypiques développées en comparaison de celles issues des procédés conventionnels. Ensuite un état des connaissances plus spécifique aux aciers inoxydables duplex élaborés par fabrication additive est effectué. Celui-ci traite des microstructures (proportion de phases, texture, ...), des propriétés mécaniques sous chargement monotone et de l'influence que peut apporter un traitement thermique sur ce type d'acier imprimé au niveau des caractéristiques précédentes.

2.2.1 Types de défauts rencontrés en fabrication additive

Le principal objectif de la réalisation d'une étude de fabricabilité est de limiter les défauts pouvant être créés lors de l'impression, en imposant des critères sur le choix des paramètres procédé.

Le premier type de défaut visé est la porosité.

Une fabrication dont le choix des paramètres n'a pas été assez réfléchi peut ainsi entraîner une présence importante du nombre de pores, qui n'est pas anodine. En effet, de nombreuses propriétés peuvent être drastiquement affectées [Herzog et al., 2016, Razavi and Berto, 2019, Balit et al., 2020, Al-Maharma et al., 2020, Dinh et al., 2020], dont la résistance à la fatigue. Trois types de pores sont ainsi généralement observés en fabrication additive : les "keyholes", les pores gazeux et les manques de fusion.

Les "keyholes" sont des pores issus d'un apport trop important d'énergie. Cet apport engendre indirectement une pression de recul sur la surface du liquide en évaporation. Vu que la pression de recul dans ce cas est trop forte, l'évaporation ne s'effectue pas correctement, ce qui entraîne la création d'une cavité en profondeur, nommée "keyhole". Les "keyholes" sont cependant très peu observés sur des procédés DED.

Les pores gazeux sont quant à eux des pores sphériques provenant d'un emprisonnement de gaz entre les couches de matières. Ils peuvent être difficiles à supprimer en fonction de la provenance du gaz, notamment s'il provient directement des poudres utilisées.

Les manques de fusion sont en quelque sorte le pendant inverse des "keyholes". Ce phénomène intervient lorsque le faisceau laser n'est pas suffisamment puissant pour fondre totalement les particules de poudre. Cela crée alors des problèmes à l'interface entre les différentes couches ou entre le substrat et la première couche. L'impact des manques de fusion peut être bien plus important que celui des pores gazeux, et donner un matériau qui ne s'imprime pas ou avec un état de surface de qualité relativement médiocre (avec une rugosité de surface élevée en présence de nombreuses particules non fondues) [Ahn, 2021, Zhang et al., 2022]. Des explications complémentaires sur les deux derniers types de pores seront données dans la section 2.9 notamment quant à la façon de les identifier.

Le second type de défaut pouvant être rencontré est la fissuration.

Durant l'impression, des gradients thermiques importants induisent en effet la création des contraintes résiduelles. Ce phénomène (très bien documenté pour le procédé lit de poudre, bien qu'observable aussi avec le procédé LP-DED) est d'autant plus présent au niveau du substrat car généralement à température ambiante. Cette accumulation de contraintes résiduelles peut amener à un flambement de la pièce et même un décollement du substrat (figure 2.1(a)), voire à la dégradation notable de l'état de la matière par perte de contrôle du procédé [Hehr et al., 2020].

D'autres sites propices à la fissuration existent dans les pièces imprimées, comme les bords de fusion, les zones réaffectées thermiquement et les joints de grains (figure 2.1(b)) [Zhong et al., 2005, Pulugurtha et al., 2009, Cloots et al., 2016].

Le rapprochement au niveau des fissures entre les procédés de fabrication additive et le soudage est parfois mis en avant dans le cas de "liquation crack" [Robinson and Scott, 1997, Zhong et al., 2005].

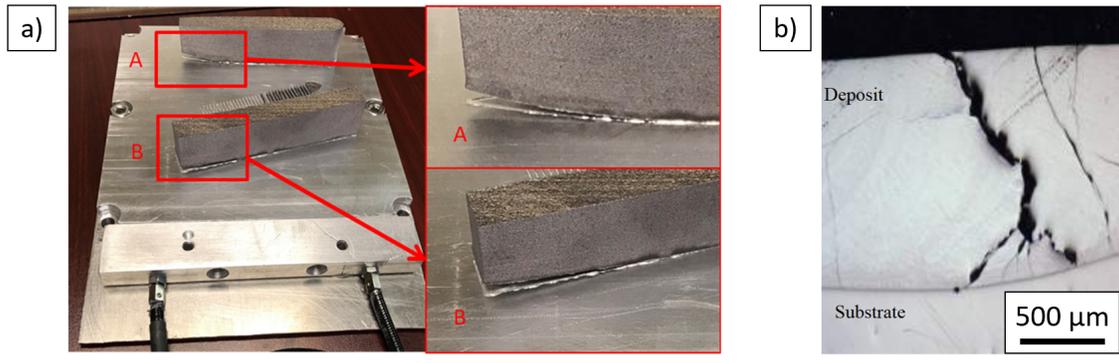


FIGURE 2.1 – (a) Décollement lors d’une impression de volume par procédé L-PBF [Hehr et al., 2020], et (b) Fissuration du dépôt de matière Ti6Al4V par procédé LP-DED à cause des contraintes résiduelles [Pulugurtha et al., 2009].

2.2.2 Microstructures obtenues par fabrication additive et spécificités des aciers inoxydables duplex

À l’issu de la fabrication, tout un panel de propriétés peut être analysé. L’un des premiers points à observer reste la microstructure obtenue. En effet, avec l’émergence des procédés de fabrication additive, les cartes sont rebattues quand à la formation de microstructures spécifiques, qui sont généralement très différentes de celles obtenues par des procédés dits ”conventionnels” tel que le forgeage ou le laminage. Par microstructure spécifique, il est question en général de variations sur la forme des grains, leur taille (moyenne et leur distribution), ou même de la texture obtenue. Toutes ces modifications envisageables sont le résultat du processus de fabrication où la source d’apport énergétique ponctuelle joue un grand rôle. Cette source d’énergie entraîne d’importants gradients thermiques localisés ainsi que des vitesses de refroidissement rapide dans la matière (ces deux conséquences sont déjà en partie responsables de la création de défauts matière comme discuté ci-dessus). Dans le tableau 2.1, les ordres de grandeur des vitesses de refroidissement en jeu lors de différents processus de fabrication sont donnés. Il va sans dire qu’avec des différences comme indiqué ici, les microstructures développées ne peuvent qu’être différentes, comme illustrée sur la figure 2.2.

Procédé de fabrication	Vitesse de refroidissement	Référence
Fonderie	10^0 - 10^2 K/s	[Elmer et al., 1989]
Soudage à l’arc	10^1 - 10^3 K/s	[Elmer et al., 1989]
WAAM	10^2 - 10^3 K/s	[Ou et al., 2018, Gudur et al., 2021]
LP-DED	10^3 - 10^5 K/s	[Gibson et al., 2015, DebRoy et al., 2018]
L-PBF	10^5 - 10^7 K/s	[Scipioni Bertoli et al., 2017, DebRoy et al., 2018]

TABLEAU 2.1 – Ordres de grandeur des vitesses de refroidissement de la matière fabriquée en fonction du procédé utilisé.

Le constat des variations de microstructures est d’autant plus flagrant et important à prendre en compte dans des matériaux pluriphasiques comme les aciers inoxydables duplex (austéno-ferritiques). Dans ces alliages, la ferrite est en effet la première phase à se solidifier (à haute température) tandis que l’austénite commence à se former aux joints de grains par transformation à l’état solide lors d’un refroidissement ultérieur.

Dans le cadre du procédé L-PBF, la vitesse de refroidissement très rapide obtenu par ce procédé va avoir une tendance très forte à produire une microstructure principalement ferritique [Saeidi et al., 2016, Hengsbach et al., 2017]. De plus, une vitesse de refroidissement rapide a également été considérée comme l’un des principaux paramètres amenant à la précipitation de nitrures (par exemple Cr_2N) et à une grande quantité de dislocation au sein des grains ferritiques [Hengsbach et al., 2017, Raffais et al., 2020].

En revanche, le procédé WAAM avec une vitesse de refroidissement plus faible peut produire différentes microstructures avec des teneurs en ferrite et austénite sensiblement différentes en fonction de la position dans le volume et de l’histoire thermique, avec un matériau final globalement très texturé [Bi et al., 2022].

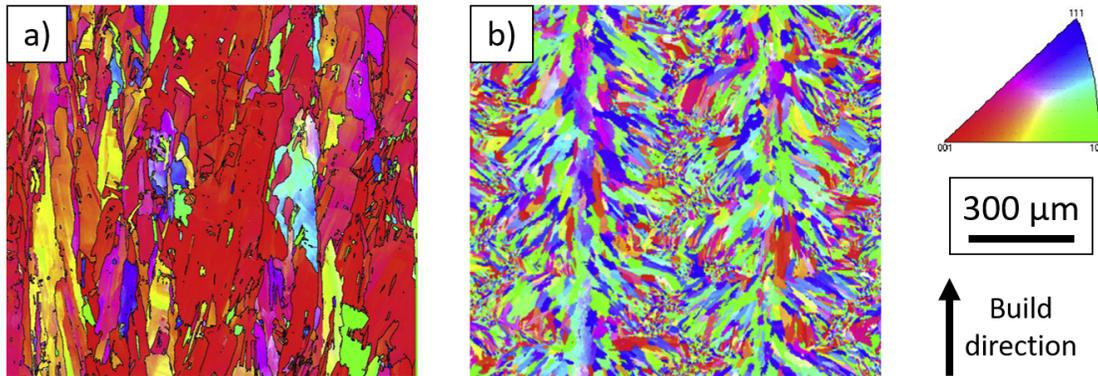


FIGURE 2.2 – Figures inverse de pôles (selon la "Build direction") d'un Inconel 625 imprimé par procédé (a) L-PBF et (b) LP-DED [Nguejio et al., 2019].

Par ailleurs, en plus de l'austénite primaire située principalement aux joints de grains de ferrite, une quantité importante de phase austénitique secondaire intragranulaire, potentiellement fragile, pourrait se former lors du refroidissement à des températures plus basses.

Pour ce qui est du procédé LP-DED, les articles montrent que pour ce procédé de fabrication, les proportions de phase obtenues dans le matériau élaboré peuvent grandement différer [Iams et al., 2020, Brázda et al., 2021]. Ceci vient entre autres des paramètres machine imposés qui sont, dans les cas présentés ici, très différents. En ce qui concerne la texture de la microstructure, celle obtenue par procédé LP-DED l'est bien moins que celle obtenue par WAAM, avec une légère texture uniquement présente au sein de la phase ferritique [Salvetr et al., 2022].

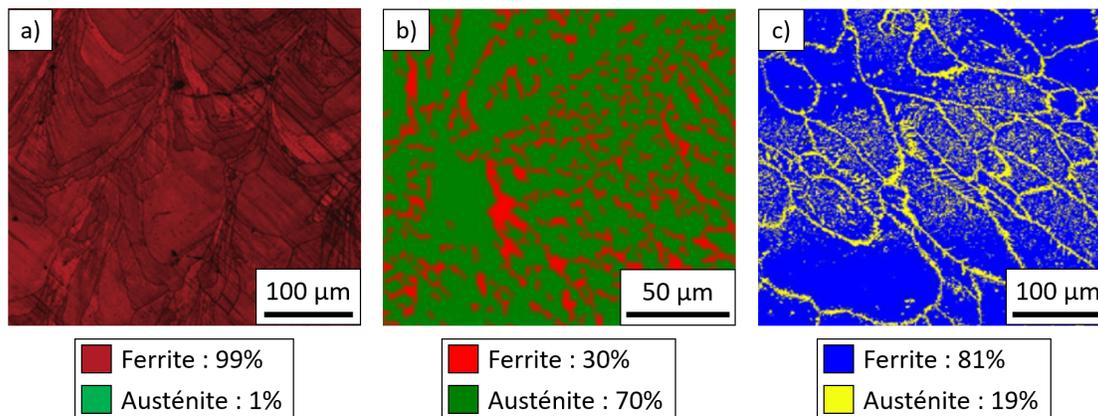


FIGURE 2.3 – Cartographies de phases d'acier inoxydable duplex (a) 2205 produit par procédé L-PBF [Hengsbach et al., 2017], (b) 2205 produit par procédé WAAM [Bi et al., 2022] et (c) 2507 produit par procédé LP-DED [Salvetr et al., 2022].

En plus de différences de vitesse de refroidissement, l'accumulation de cycles thermiques rencontrés (un chauffage excessif suivi d'un refroidissement modérée) dans les processus de FA [Edwards et al., 2023], pourraient favoriser la précipitation de la phase σ , apparaissant lorsque la température de ce type d'acier se situe dans la plage 600-1000°C [Sieurin and Sandström, 2007, Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012, Maetz, 2014], qui est nocive pour ce métal (cf. section 1.1.5).

Le tableau 2.2 fait référence à certains travaux spécifiques sur l'acier inoxydable super duplex 2507 ou sur les procédés de fabrication additive liés aux aciers inoxydables duplex. Les proportions d'austénite obtenues dans ces différents articles sont considérablement différentes, allant de quelques pourcents à plus de la moitié, entre autres pour les raisons explicitées juste avant.

Procédé	Matériau	Proportion d'austénite	Méthode de mesure	Référence
Forgeage	2507	40 - 45 %	EBS	[Aubin, 2001, El Bartali, 2007]
WAAM	2205	24,4 - 35,6 %	EBS	[Bi et al., 2022]
LP-DED	2101	16,1 %	DRX	[Iams et al., 2020]
LP-DED	2205	38,5 %	DRX	
LP-DED	2507	58,3 %	DRX	
LP-DED	2507	20 %	EBS	[Brázda et al., 2021, Salvetr et al., 2022]
LP-DED	2507	28,4 %	DRX	[Salvetr et al., 2022]
L-PBF	2205	1 %	EBS	[Hengsbach et al., 2017]
L-PBF	2205	2 %	EBS	[Haghdadi et al., 2021a]
L-PBF	2205	0 - 5 %	EBS	[Papula et al., 2019]
L-PBF	2507	2 %	DRX	[Saeidi et al., 2016]

TABLEAU 2.2 – Comparaison de la proportion d'austénite issue de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.

2.2.3 Propriétés mécaniques sous sollicitation monotone développées par les aciers inoxydables duplex

Ces paramètres microstructuraux influencent considérablement les propriétés mécaniques du matériau fabriqué d'après [Nilsson, 1992, Herzog et al., 2016]. En considérant la dureté Vickers obtenue suivant le procédé de fabrication, la valeur peut ainsi varier du simple au double (cf. tableau 2.3). Le constat est plus modéré mais toujours visible pour les caractéristiques issues des essais de traction.

Dans ce comparatif, le lien entre la proportion de phases et les propriétés mécaniques n'est pas toujours directement observable. En effet, un même taux d'austénite dans les travaux de [Papula et al., 2019] et [Haghdadi et al., 2021b] sur un même couple "matériau-procédé" amène à une différence d'environ 20% sur la contrainte maximale admissible par la matière. Ces écarts sont davantage distinguables pour différentes nuances d'aciers inoxydables alors que les proportions de phases sont conservées (par exemple entre les travaux de [Papula et al., 2019] et [Saeidi et al., 2016]).

Procédé	Matériau	Dureté (HV)	R_m (MPa)	A_r (%)	Référence
Conventionnel	2304	-	600-820	-	[Nilsson, 1992]
Conventionnel	2205	-	680-880	-	
Conventionnel	2507	-	800-1000	-	
Laminage à froid	2205	247	600-655	> 25	[Papula et al., 2019]
LP-DED	2507	302	830	15-20	[Brázda et al., 2021, Salvetr et al., 2022]
L-PBF	2205	-	940	12	[Hengsbach et al., 2017]
L-PBF	2205	-	844	18	[Haghdadi et al., 2021a]
L-PBF	2205	337	1071	16	[Papula et al., 2019]
L-PBF	2507	450	1321	> 45	[Saeidi et al., 2016]
L-PBF	2507	350-450	-	-	[Davison and Redmond, 1991]

TABLEAU 2.3 – Comparaison des propriétés mécaniques (dureté Vickers (HV), Limite ultime de traction (R_m) et Allongement à rupture (A_r)) issues de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.

2.2.4 Influence du traitement thermique sur les aciers inoxydables duplex imprimés : microstructure et caractéristiques mécaniques monotones

Certaines études se sont par ailleurs intéressées à l'influence du traitement thermique sur les matériaux produits par fabrication additive. Un échantillon d'études proches par le matériau et/ou le procédé est rapporté dans les tableaux 2.4 et 2.5, répertoriant respectivement la proportion d'austénite et certaines propriétés mécaniques obtenues après traitement thermique. Une attention toute particulière doit être portée

aux résultats issus de traitements thermiques courts (de quelques dizaines de minutes maximum). En effet, il n'est pas forcément mentionné dans les divers articles si les pièces traitées thermiquement sont insérées dans le four avant la montée en température de celui-ci ou lorsque qu'il a atteint la température de maintien. Plus le traitement thermique effectué est court, plus ce détail de protocole peut induire des différences de microstructures et de propriétés obtenues dues à la conduction thermique, menant à une non-homogénéisation de la température, à l'intérieur de l'ensemble du volume traité.

Au niveau de la proportion de phase, on distingue une forte augmentation du taux d'austénite dans les matériaux traités thermiquement comparé aux bruts de fabrication. Cet écart est d'autant plus notable que les aciers inoxydables duplex élaborés par procédé L-PBF ne présentent quasiment pas d'austénite après impression [Saeidi et al., 2016, Hengsbach et al., 2017, Papula et al., 2019, Haghdadi et al., 2021a] (à cause de la vitesse de refroidissement extrêmement rapide induite par ce procédé).

Les plages de température et temps de maintien étudiés dans ces articles sont pris de sorte à ne pas développer de précipités ou de phases fragilisantes selon les auteurs. En s'appuyant sur les travaux de Hengsbach & al. [Hengsbach et al., 2017] et Papula & al. [Papula et al., 2019], une modification de la température ou de la durée du traitement thermique peut entraîner des écarts de proportion de phase pouvant aller jusqu'à 10% en fonction de la plage de paramètres étudiés.

Procédé	Matériau	Traitement thermique	Proportion d'austénite	Référence
LP-DED	2507	Aucun	20 %	[Brázda et al., 2021, Salvetr et al., 2022]
LP-DED	2507	1100°C - 1h TE	52 %	
L-PBF	2205	Aucun	1 %	[Hengsbach et al., 2017]
L-PBF	2205	900°C - 5min TE	24 %	
L-PBF	2205	1000°C - 5min TE	34 %	
L-PBF	2205	1200°C - 5min TE	21 %	
L-PBF	2205	Aucun	2 %	[Haghdadi et al., 2021a]
L-PBF	2205	1000°C - 10min TE	45 %	
L-PBF	2205	Aucun	0 - 5 %	[Papula et al., 2019]
L-PBF	2205	950°C - 5min TE	40,1 %	
L-PBF	2205	1000°C - 5min TE	43,2 %	
L-PBF	2205	1050°C - 5min TE	43,0 %	
L-PBF	2205	1100°C - 5min TE	42,6 %	
L-PBF	2205	1000°C - 1h TE	46,4 %	
L-PBF	2205	1050°C - 1h TE	45,4 %	

TABLEAU 2.4 – Comparaison de la proportion d'austénite avant et après traitement thermique (TE : suivi d'une trempe à l'eau) issue de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.

Au niveau des propriétés mécaniques, les effets de traitements thermiques sont tout aussi visibles sur le tableau 2.5. Au niveau de la dureté Vickers, le traitement thermique amène à une réduction allant jusqu'à 25% de celle-ci par rapport aux bruts de fabrication. Le constat est sensiblement le même au niveau de la limite ultime de traction avec ici des écarts du même ordre de grandeur. Cependant, les matériaux traités thermiquement par fabrication par impression sont bien plus ductiles que les bruts de fabrication, un allongement à rupture pouvant être trois fois plus important [Papula et al., 2019].

En comparaison avec les mêmes nuances d'aciers produites par procédés conventionnels [Nilsson, 1992, Papula et al., 2019], les caractéristiques sont là plus proches. Le comportement en traction est très semblable que ce soit au niveau de la contrainte ultime ou de l'allongement à rupture. Ceci tranche avec la dureté qui est plus élevée pour les matériaux imprimés 3D et traités thermiquement que pour ceux obtenu de façon plus conventionnelle (par laminage à froid par exemple [Papula et al., 2019]).

Les différences entre les traitements thermiques sont limitées. En effet, que ce soit en faisant varier la température ou la durée de maintien, aucune réelle variation n'est induite. Cette constatation est à prendre avec des précautions car les résultats des traitements thermiques donnés tableau 2.5 sont issus de matériaux ne possédant que des phases primaires : ferrite et austénite (et donc non pourvus de phases fragilisantes, précipités et intermétalliques).

Procédé	Matériau	Traitement thermique	Dureté (HV)	R _m (MPa)	A _r (%)	Référence
LP-DED	2507	Aucun	302	830	15-20	[Salvetr et al., 2022]
LP-DED	2507	1100°C - 1h TE	275	760	30	
L-PBF	2205	Aucun	-	940	12	[Hengsbach et al., 2017]
L-PBF	2205	900°C - 5min TE	-	770	20-25	
L-PBF	2205	1000°C - 5min TE	-	760	28	
L-PBF	2205	1200°C - 5min TE	-	720	20-25	
L-PBF	2205	Aucun	-	844	18	[Haghdadi et al., 2021a]
L-PBF	2205	1000°C - 10min TE	-	798	28	
L-PBF	2205	Aucun	337	1071	16	[Papula et al., 2019]
L-PBF	2205	950°C - 5min TE	280	869	39,7	
L-PBF	2205	1000°C - 5min TE	280	848	45,8	
L-PBF	2205	1050°C - 5min TE	270	837	42,1	
L-PBF	2205	1100°C - 5min TE	255	813	39,7	
L-PBF	2205	1000°C - 1h TE	263	824	43,4	
L-PBF	2205	1050°C - 1h TE	265	812	41,8	

TABLEAU 2.5 – Comparaison des propriétés mécaniques avant et après traitement thermique (dureté Vickers (HV), Limite ultime de traction (R_m) et Allongement à rupture (A_r)) issues de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.

2.3 Méthodes expérimentales

2.3.1 Matériaux et machine d'impression employés

Acier inoxydable super duplex SAF2507

Comme annoncé dans le préambule de ce manuscrit, le métal étudié est l'acier inoxydable super duplex SAF2507, aussi appelé super duplex stainless steel 2507 (2507 SDSS) en anglais. Cette nuance d'acier sera aussi abrégée directement par la terminologie "2507" dans ce manuscrit. D'autres désignations comme "UNS S32750" ou "X2CrNiMoN25-7-4" lui sont aussi connues. L'acier 2507 produit par fabrication additive LP-DED est comparé à un acier issu d'un procédé plus conventionnel à savoir le forgeage. La version forgée de l'alliage fournie est un acier inoxydable super duplex de type X2CrNiMoN25-7-4 (donc de même nuance que celle étudiée pour la poudre) allié à 0,17%N selon la norme européenne, avec la désignation numérique EN 1.4507, fournie dans une barre forgée cylindrique avec un diamètre de 74 mm [Marinelli et al., 2009]. La poudre métallique SAF 2507 utilisée pour le procédé LP-DED a quand à elle été fournie par Sandvik avec des tailles de particules de poudre variant de 45 à 90 μm selon le fournisseur. La composition chimique de l'acier forgé et de la poudre utilisée pour la fabrication additive est répertoriée dans le tableau 2.6.

On peut souligner que la composition chimique de ces deux matériaux est légèrement différente l'une de l'autre, notamment pour les teneurs en nickel et en molybdène. Ces dernières peuvent avoir un effet sur l'apparition d'intermétalliques lors de la solidification de l'alliage par fabrication additive. Les teneurs en azote et en manganèse varient également dans la poudre 2507 SDSS utilisée, par rapport à celles dans le matériau forgé. Il convient de souligner que le molybdène et l'azote sont communément connus pour leur effet bénéfique sur les résistances mécaniques et à la corrosion des aciers inoxydables. En outre, leur influence sur la microstructure des aciers inoxydables duplex (DSS) a également été observée, car le molybdène est un élément stabilisant la ferrite quand l'azote a tendance à stabiliser la phase austénitique à basse température (section 1.1.4). A contrario, il a été démontré que le manganèse a peu d'effet sur l'équilibre austénite-ferrite des aciers inoxydables duplex. Il peut cependant modifier considérablement les propriétés mécaniques des matériaux [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012]. Cela peut notamment entraîner des problèmes de fabrication, tels que l'amorçage de fissures à chaud ou la formation de phases secondaires fragiles, par exemple des précipités intermétalliques ou phases de Laves, après l'impression [Ishikawa et al., 2022].

	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	N	C	Cu	P	S	Fe
Forgé	24,68	6,54	2,84	0,79	0,62	0,17	0,024	0,07	0,021	<0,003	Balance
Poudre	24,9	7,2	3,82	0,9	0,4	0,29	0,02	0,01	0,006	0,006	Balance

TABLEAU 2.6 – Compositions chimiques de l’acier inoxydable super duplex SAF2507 forgé [El Bartali, 2007] et de la poudre de même nuance utilisée pour la fabrication additive (en % poids).

Morphologie de la poudre SAF2507

La figure 2.4 présente des analyses MEB (Microscope Électronique à Balayage) de la morphologie de la poudre d’acier inoxydable super duplex SAF 2507 utilisée. Une hétérogénéité relativement importante est observée dans la forme des particules de poudre. En effet, des pores en surface (et même internes) peuvent être observés tandis que de nombreux satellites apparaissent résultant de l’adhésion de plusieurs petites particules à la surface de plus gros grains lors du processus d’atomisation. Certaines particules sont également mal atomisées avec des formes allongées (morphologie ellipsoïdale) au lieu d’une forme sphéroïdale comme prévue. Ces éléments sont connus pour affecter l’écoulement de la poudre et l’étalement des cordons et peuvent favoriser la formation de défauts/pores dans le volume construit par le procédé LP-DED [Benson and Snyders, 2015, Taheri et al., 2017]. En outre, à la surface des particules de poudre, on peut observer une morphologie typique de type micro-dendritique, résultant de la nucléation et de la croissance de la dendrite au cours du processus d’atomisation de la poudre.

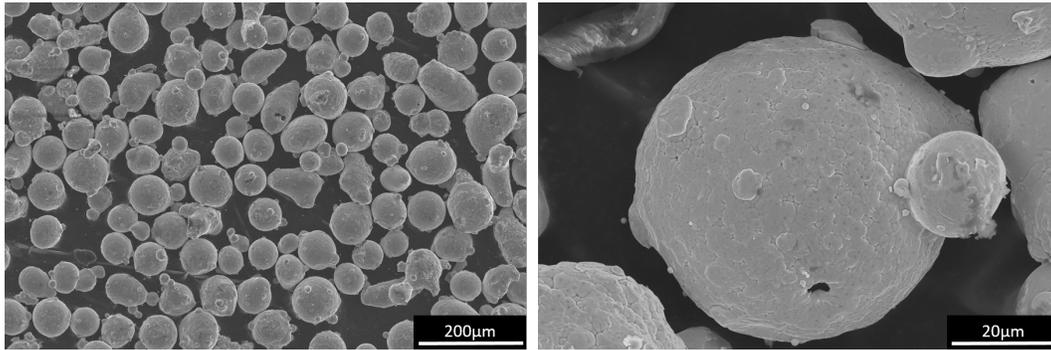


FIGURE 2.4 – Images obtenues au Microscope Électronique à Balayage de la poudre métallique SAF 2507.

Machine de fabrication additive : BeAM Mobile-004

Pour imprimer la matière, la machine de fabrication additive Mobile-004 de chez BeAM (racheté par AddUp) est utilisée (figure 2.5). Cette machine d’impression 3D LP-DED possède 5 axes de travail, trois axes de translation via la buse et deux axes de rotation issu du mouvement du plateau (figure 2.5(c)). La buse de la machine, alimentant en poudre pour l’impression, possède un diamètre de 1 mm. L’installation est équipée d’un laser à fibre d’ytterbium YLR (1070 nm de longueur d’onde) qui a la capacité de délivrer une puissance maximale de 500 W. Selon la configuration, le diamètre du spot laser varie entre 0,4 et 0,9 mm. La distance optimisée entre l’extrémité de la buse et la surface de fabrication pour nos impressions est de 3,5 mm, conduisant à un diamètre de laser focalisé de l’ordre de 0,7 mm. Cette machine permet la fabrication de pièces allant jusqu’aux dimensions maximales de $400 \times 250 \times 200 \text{ mm}^3$. Pour toutes les pièces réalisées, des substrats en acier inoxydable 316L de 5 mm d’épaisseur ont été utilisés. Les raisons de ce choix reposent sur le coût des substrats, qui reste relativement raisonnable comparativement à d’autres aciers comme l’acier inoxydable super duplex 2507, et le fait que cet alliage possède à la fois une conductivité thermique et une chaleur spécifique proches de l’acier ici imprimé (SAF 2507).

Au cours de la fabrication d’une pièce, les éléments nécessaires à l’impression de matière vont provenir de la buse. De celle-ci est émise la poudre, transportée par un flux d’argon dont l’écoulement est coaxial à un faisceau laser permettant de faire fondre la poudre métallique (figure 1.16). Le débit de poudre, tout comme la puissance du laser et la vitesse de déplacement de la buse, sont programmés en amont par l’utilisateur dans le fichier de création de la pièce (le G-code ou le programme créé par le logiciel PowerClad) qui répertorie tous les déplacements du plateau et de la buse. Le gaz d’argon est aussi utilisé comme gaz de protection, permettant de limiter l’oxydation de la pièce à haute température au cours de la fabrication. Le débit de

poudre, quant à lui, ne peut pas être défini directement par l'opérateur comme la puissance laser ou la vitesse de lasage. Il doit être déterminé d'une manière indirecte à travers la vitesse de rotation du disque raboteur dans le bol de stockage de poudre (figure 2.6). Pour cela, des tests de débit sont effectués à chaque début de journée d'impression et après chaque remplissage du bol de réserve.



FIGURE 2.5 – (a-b) Photographies d'ensemble de la machine d'impression BeAM Mobile-004 et (c) de la zone d'impression à l'intérieur de la machine.

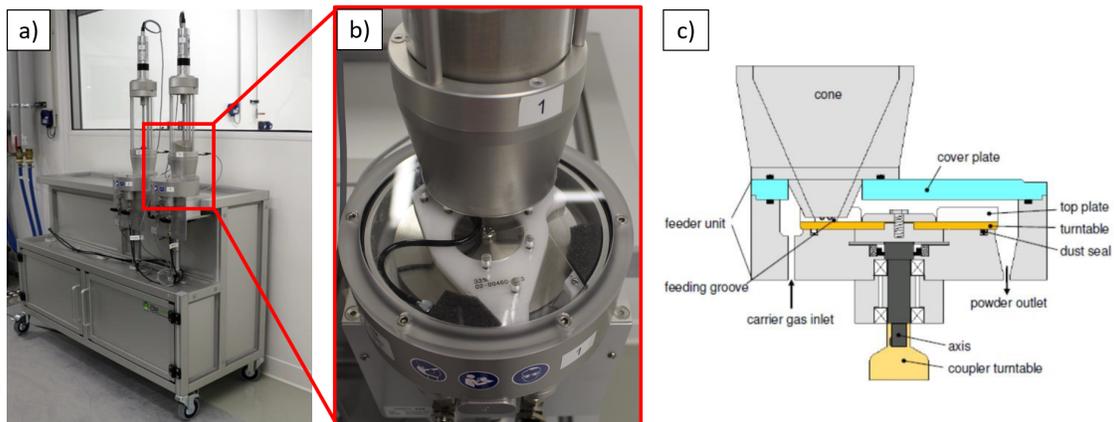


FIGURE 2.6 – (a) Photographie du chariot avec les distributeurs de poudres, (b) Zoom sur la partie distribution (avec le racleur) d'un distributeur de poudre et (c) Schéma de la partie distribution du bol de réserve.

Stratégie d'impression et plans d'étude utilisés

Dans tout le manuscrit, la stratégie d'impression utilisée lors de l'impression de volume est une stratégie basée sur des allers-retours avec une rotation de 90° entre deux couches successives, comme présentée figure 2.7. Cette stratégie est aussi appelée par certains stratégie en "ZigZag" avec rotation de 90° entre chaque couche.

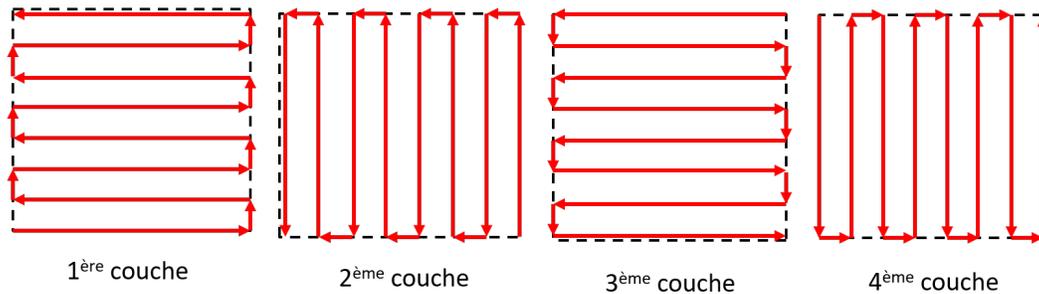


FIGURE 2.7 – Stratégie d’impression choisie : allers-retours avec une rotation de 90° entre deux couches successives. Les flèches rouges représentent la trajectoire du laser.

De par cette stratégie, deux ”types” de plan vont être étudiés. En effet les plans d’étude sont identifiés comme étant soit perpendiculaires (en rouge sur la figure 2.8) soit parallèles (en jaune sur la figure 2.8) à la direction de forgeage ou de construction pour le procédé LP-DED. Ces plans sont appelés respectivement ”transverse” (en rouge sur la figure 2.8) et ”longitudinal”.

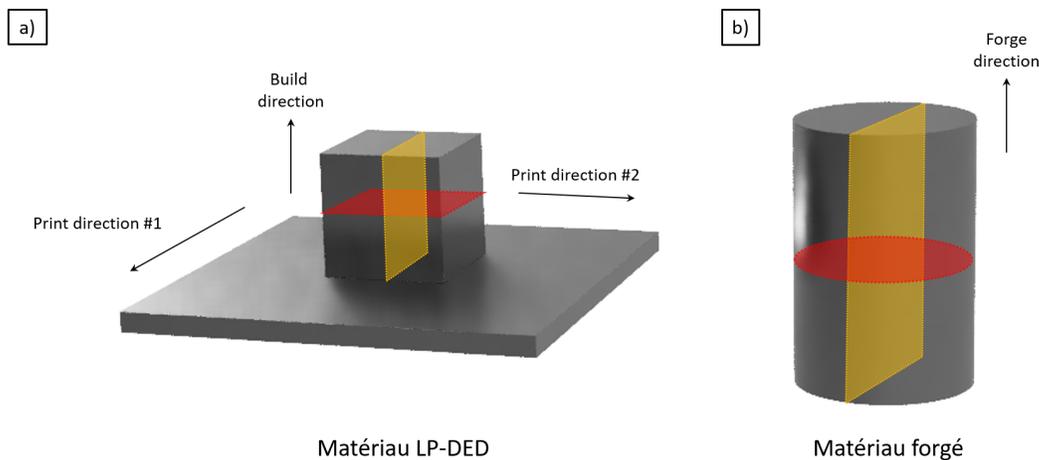


FIGURE 2.8 – Schémas de présentation des plans d’étude, en rouge la section transverse et en jaune la section longitudinale pour les échantillons : (a) imprimé par procédé LP-DED, et (b) forgé.

2.3.2 Élaboration des échantillons et éprouvettes

Étude de fabricabilité

Pour garantir la bonne fabricabilité d’un matériau dans le procédé LP-DED, un protocole standard consiste à produire des structures simples en faisant varier les paramètres du procédé qui déterminent la qualité de la structure fabriquée. Dans le cas du procédé LP-DED, la puissance du laser, la vitesse de balayage et le débit de poudre ont été largement considérés comme les paramètres les plus importants [Bax et al., 2018, Milhomme et al., 2021].

L’objectif de l’étude de fabricabilité est de découvrir l’effet des paramètres d’impression LP-DED, en particulier la puissance du laser et la vitesse de dépôt, sur les caractéristiques géométriques de plusieurs structures : mono-cordons, murs, et structures massives.

Pour la première étape, des mono-cordons d’une longueur de 60 mm ont ainsi été imprimés avec 99 combinaisons différentes de puissance laser et de vitesse de balayage. Ces paramètres ont été sélectionnés pour couvrir une large plage allant de 150 W à 350 W (pas de 25 W) pour la puissance du laser, et de 1000 mm/min à 3000 mm/min (pas de 200 mm/min) pour la vitesse de balayage laser, avec des valeurs pouvant conduire à des structures viables. Une étude de sensibilité a été réalisée et a montré qu’un débit de poudre de 7,0 g/min ($\pm 0,1$) permet la meilleure stabilité d’écoulement de poudre 2507 SDSS pendant le processus. Cette valeur a donc été fixée pour l’étude. Compte tenu de l’importance de ce paramètre, il a été systématiquement mesuré et

ajusté avant chaque campagne d'impression. Les caractéristiques morphologiques et géométriques des cordons simples ont ensuite été analysées d'abord par des observations de surface, puis par caractérisation en coupe transversale après découpe, enrobage (diamètre 25 mm) à la résine non-conductrice Multifast Green de chez Struers et polissage suivant le protocole suivant :

- Polissage : papiers SiC #800 et #2400 pendant 5 minutes à 150 tours/min pour chacun.
- Polissage fin : tapis à pâte diamantée 3 μm (5 min - 150 tours/min) et 1 μm (10 min - 150 tours/min).

L'analyse des mono-cordons permet de mieux comprendre l'effet des paramètres d'impression sur le matériau produit. Dans un deuxième temps, des murs minces de 60 mm de longueur sont produits après avoir diminué la plage de paramètres possibles. Les murs sont constitués d'une superposition de plusieurs mono-cordons selon la direction normale à la surface du substrat. Cette géométrie offre un niveau de complexité plus élevé et peut aider à affiner les paramètres restants. Leurs hauteurs atteignent entre 14 et 16 mm, ce qui équivaut à un empilement de 93 à 106 cordons les uns sur les autres. Une stratégie d'impression en aller-retour a été choisie, ce qui signifie que le point de début du cordon correspond au point d'arrivée du précédent préalablement déposée. Entre deux mono-cordons, aucun temps mort n'est appliqué. L'incrément de hauteur a été réglé à 0,15 mm, valeur qui minimise la porosité au vu des études antérieures réalisées sur l'acier inoxydable 316L [Balit, 2019, Telmen et al., 2023].

Une fois les murs imprimés, et dans le but d'étudier l'évolution de leur épaisseur, ils subissent le même traitement que les mono-cordons, à savoir une découpe transversale, un enrobage (diamètre 25 mm) avec de la résine non-conductrice Multifast Green du fabricant Struers et un polissage comme décrit précédemment pour les cordons simples.

La dernière étape consiste à produire des échantillons massifs sous forme de cubes de $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$. Ici, les principaux objectifs sont d'étudier la forme globale obtenue (tolérance) ainsi que la porosité résultante. Une fois l'aspect global observé, ils sont découpés en fines tranches (laissant apparaître les sections transversales), enrobés et polis comme déjà expliqué pour les mono-cordons et les murs, pour pouvoir évaluer leur porosité ainsi que l'état de la microstructure développée.

2.3.3 Méthode d'analyse de la porosité

L'analyse de la porosité des murs et des volumes fabriqués par procédé LP-DED a été réalisée par prise d'images au microscopie optique selon la coupe transversale (voir figure 2.8). Cette méthode est basée sur le traitement d'image programmé dans le logiciel Fiji/ImageJ selon la procédure suivante :

- Acquisition d'images 2D en niveau de gris (figure 2.9(a)), avec la valeur de gris de chaque pixel variant entre 0 (noir) et 255 (blanc), à l'aide d'un microscope optique Keyence VHX-5000 ;
- Seuillage d'image basé sur l'histogramme des niveaux de gris. Cette étape vise à transformer des images grises en images binaires noir et blanc. Les pores apparaissent alors sous forme d'amas de pixels noirs comme illustré sur la figure 2.9(b) ;
- Segmentation et analyse des particules : cette étape consiste à détecter automatiquement les particules (pores), en balayant tous les pixels d'une même valeur de 0, dans la matrice (matériau) avec une certaine précision dépendant de l'étape de seuillage (figures 2.9(c) et (d)). Dans cette méthode, chaque particule est détectée indépendamment en se basant sur sa connectivité avec ses 8 pixels voisins, ensuite elle est labélisée par un chiffre unique. Cette étape permet non seulement de mesurer l'aire d'un pore (somme des pixels labélisés par un chiffre), conduisant à un taux de porosité en rapportant l'aire totale des pores à la surface totale de l'image, mais également de fournir les informations sur les caractéristiques géométriques des pores, comme la taille, la morphologie, etc.

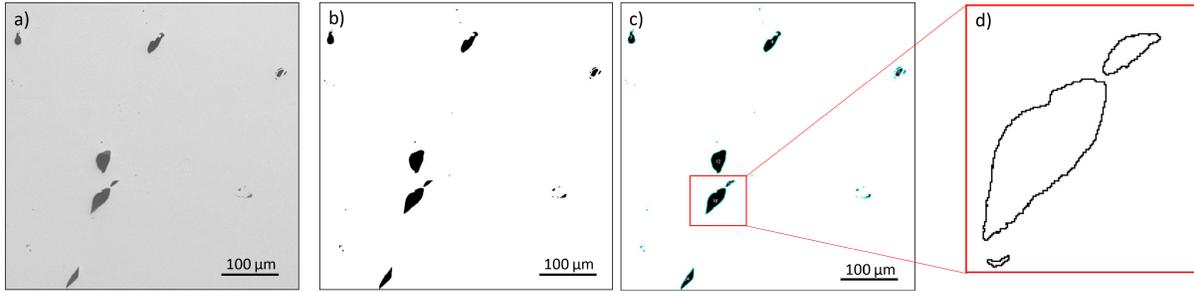


FIGURE 2.9 – Schéma du processus de traitement d’images utilisé pour les analyses de la porosité : (a) acquisition d’images 2D, (b) seuillage de l’image, (c) segmentation des particules, (d) visualisation de particules à plus forts grossissements.

Afin d’évaluer la taille et la morphologie des pores, les caractéristiques suivantes des pores ont été calculées :

- Le diamètre de Féret : correspond à la distance maximale entre deux tangentes parallèles à des côtés opposés ;
- La racine carrée de l’aire d’un pore : caractérise la longueur équivalente d’un pore idéalement sphérique de même aire ;
- Le périmètre d’un pore : consiste à la longueur (nombre) de pixels formant une enveloppe la plus petite pouvant contenir le pore en se basant sur la connectivité de 8 ;
- La circularité est déterminée par la formule suivante

$$C = \frac{4\pi \times A}{P^2}, \quad (2.1)$$

où C est la circularité, A représente l’aire du pore et P son périmètre. La valeur de la circularité est donc inférieure à 1. Plus la circularité d’un pore est proche de 1, plus celui-ci est sphérique.

Dans notre étude, deux types de pores sont observés :

- Les pores sphériques, qui présentent donc une circularité très élevée, et associés aux pores gazeux. Ces pores sont à l’origine des molécules de gaz enfermées dans le bain de fusion lors de la fabrication. Trois causes sont envisageables : le gaz de protection (argon), la vaporisation d’éléments d’alliage, les porosités déjà présentes dans la poudre utilisée.
- Les pores de forme irrégulière, appelés manques de fusion (ou ”LoF” pour ”Lack of Fusion” en anglais), dont la circularité est dans la majorité des cas très faible. Ces pores résultent souvent d’une mauvaise dilution due au manque de fusion (d’où leur nom).

Des études dans la littérature ont montré que les pores gazeux de taille relativement faible n’ont pas d’effets significatifs sur les propriétés mécaniques, en particulier en traction, de structures fabriquées par fabrication additive [Gong et al., 2015]. Au contraire, les pores de type manque de fusion ont un impact néfaste sur les propriétés mécaniques, même avec un taux de porosité faible, moins de 1% [Gong et al., 2015, Stef et al., 2018]. Cependant, il est important de noter que le comportement en fatigue des structures LP-DED est fortement dégradé en présence des pores près de la surface, quelle que soit leur origine [Andreau et al., 2021]. Il est donc essentiel de pouvoir classifier les pores non seulement par leur taille, mais également par leur origine. Pour ce faire, un seuil de circularité de 0,8 a été choisi (en cohérence avec d’autres études [Limodin et al., 2014, Wang et al., 2016, Le et al., 2018]) dans notre étude pour différencier les pores gazeux, avec une circularité supérieure à 0,8, et ceux de manque de fusion. Dans cette étude, les pores avec un nombre de pixels inférieur à 15, équivalant à une taille de l’ordre de 1,5 μm, sont ignorés.

Un traitement automatique sous Fiji/ImageJ et Python a été mis au point dans cette étude, permettant d’analyser rapidement un grand nombre d’images 2D obtenues au microscope optique en limitant toute subjectivité due à l’opérateur. Pour cette étude, la surface totale analysée pour l’estimation de la porosité était d’environ 240 mm² pour chaque configuration paramétrique testée (en considérant 4 surfaces différentes par échantillon).

Il est important de signaler/rappeler qu'avant l'acquisition des images 2D, la surface des échantillons doit être polie jusqu'à $1\ \mu\text{m}$ et nettoyée pour éliminer toutes les traces de saleté et de rayures résiduelles qui pourraient fausser les résultats. En effet ces artefacts pourraient être pris en compte comme des pores. Par ailleurs, toutes les images doivent être acquises avec un même niveau de luminosité, de telle sorte que les pores aient systématiquement un même niveau de contraste vis-à-vis de celui de la matrice.

Les analyses de porosité réalisées selon la méthode mentionnée ci-dessus ont été comparées à des observations basées sur la tomographie à rayons X et réalisées par le Centre des Matériaux, à l'aide d'un appareil Easytom 130 de la société RX SOLUTIONS, avec une taille de voxel de $6,49\ \mu\text{m}$.

2.3.4 Attaques chimiques

Le recours à une attaque chimique peut faciliter l'observation du matériau et révéler différentes informations, tant à l'échelle macroscopique que microscopique.

À l'échelle macroscopique, avec l'étude des sections de cordons notamment, une attaque électrochimique à base d'acide oxalique à 10% de concentration en volume est utilisée. Le temps d'immersion de l'échantillon varie entre 8 et 20 secondes avec une tension imposée est de 15 V. Celle-ci permet de mieux appréhender la forme des cordons et les passes de laser lors de la fabrication.

Pour affiner et étudier cette fois-ci la microstructure en elle-même, une attaque chimique Beraha modifiée est effectuée. La solution est composée de 60 mL d'eau déionisé, 30 mL d'acide chlorhydrique (HCl) à 35% de concentration volumique et 0,75 g de metabisulfite de potassium $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$. Les échantillons attaqués sont plongés dans celle-ci environ 10 secondes (entre 8 et 15) pour que la microstructure soit suffisamment attaquée et donc révélée.

2.3.5 Traitements thermiques

Les traitements thermiques permettent à la fois de faire varier la répartition entre l'austénite et la ferrite tout en modifiant le comportement global du matériau traité. Les traitements appliqués sur le super duplex élaboré par LP-DED sur les échantillons "brut de procédé", servent à démontrer l'influence que celui-ci peut avoir en tant que post-traitement de ce procédé de fabrication additive. Les traitements thermiques choisis suivent le même protocole, décrit ci-après (et comme indiquée figure 2.10), avec uniquement la température comme variable ajustable :

- Montée en température du four (échantillon à l'intérieur) de 20°C à la température visée, à une vitesse de chauffage de $15^\circ\text{C}/\text{min}$;
- Maintien de la température pendant 3 heures ;
- Hypertrempe à l'eau (à température ambiante, autour de 20°C).

Les températures choisies sont : 1050°C , 1125°C , 1200°C et 1275°C . Ce choix est porté grâce à l'évaluation de l'équilibre des phases en fonction de la température (présenté figure 1.7(b)). Ne souhaitant pas développer de phase σ dans le matériau à étudier, la limite basse a été placée à 1050°C . Pour ce qui est de la borne haute, une température de 1275°C a été sélectionnée de sorte à être sûr (d'après le calcul d'équilibre des phases de l'acier 2507) d'obtenir un acier biphasique en fin de traitement, et non un acier uniquement (ou à plus de 80%) ferritique.

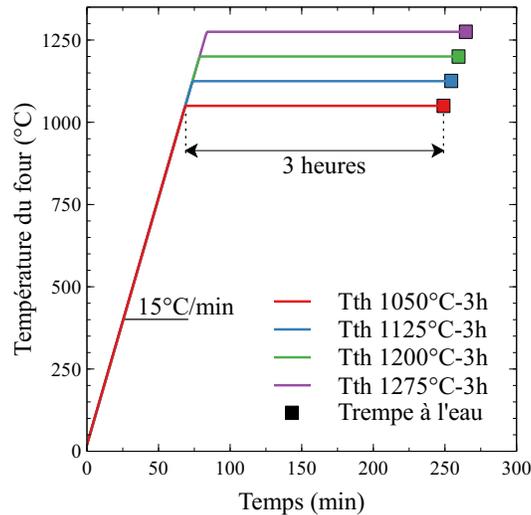


FIGURE 2.10 – Traitements thermiques (Tth) appliqués aux échantillons

2.3.6 Observation des échantillons par microscopie

Que ce soit pour observer les mono-cordons et les murs, pour étudier la porosité lors de l'étude de fabricabilité, ou même pour analyser les microstructures révélées par attaque chimique (voir Section 2.3.4) les microscopes optiques Keyence VHX-600 et VHX-5000 ont été utilisés.

Pour réaliser l'analyse des microstructures de l'ensemble des configurations "procédé-traitement thermique" testés, un détecteur EBSD (diffraction d'électrons rétrodiffusés, en anglais "Electron BackScatter Diffraction") Oxford installé sur le MEB JEOL JSM-IT300LV a été utilisé. La distance de travail utilisée est de 13 à 17 mm. La sonde EBSD a été réglée de sorte à avoir une vitesse de balayage de 110Hz, une tension d'accélération de 20 kV et une résolution de 1344x1024 pixels. Un pas de 0,25 μm a été choisi pour l'acquisition de données EBSD car il est considéré comme un bon compromis entre temps d'acquisition et précision sur cette machine. Le post-traitement des données a été opéré à l'aide du logiciel ATEX.

2.4 Fabricabilité du couple matériau-procédé : SAF2507 - LP-DED brut de fabrication et étude de la microstructure associée

La fabricabilité est classiquement définie comme la capacité à produire de façon répétitive des pièces répondant à des critères de caractéristiques géométriques et microstructurales. Par ailleurs, d'autres facteurs de contrôle ont été rajoutés pour améliorer la santé de la matière produite : (i) le niveau de porosités constatées à l'intérieur des pièces imprimées en raison d'un manque de fusion et/ou d'emprisonnement de gaz, comme mentionné précédemment (cf. section 2.3.3), et (ii) l'état de surface, par exemple, la présence de particules non fondues ou la rugosité. Afin de déterminer les meilleurs paramètres procédé pour l'acier inoxydable super-duplex 2507, des critères ont été définis au début de l'étude, pour chaque type d'impressions étudiées (mono-cordons, murs et volumes). Les critères à répondre sont les suivants

- Une tolérance géométrique de 5% pour toutes les impressions (longueur pour les cordons simples, longueur et hauteur pour les murs et longueur, largeur et hauteur pour les blocs) doit être respecté par rapport aux valeurs programmées dans la machine BeAM ;
- Pour les mono-cordons :
 - Une forme régulière et continue (pas d'interruption du cordon lors de l'impression),
 - Un petit nombre de "projections" et de particules de poudre mal ou non fondues à la surface des mono-cordons construits (moins de 15 projections tous les 1 mm de longueur),
 - Une surface qui ne présente aucun signe de surexposition à des températures excessivement élevées (changement de couleur, suspicion d'oxydation, changement de rugosité, etc.),

- Une hauteur stable dans tout le cordon (moins de 5% de variation) nécessaire à la réalisation des parois et des volumes, afin de minimiser les risques de pores ou de défauts dus au manque de fusion à l’interface entre deux couches,
 - Une dilution $D = \frac{d}{d+h}$ (avec d la profondeur et h la hauteur, comme présenté sur la figure 2.11) comprise entre 10 et 40%. Cette plage de dilution permet d’assurer une bonne adhérence entre la première couche et le substrat sans conduire à la formation de ”keyholes”. Elle permet de plus de réduire la porosité dans les structures imprimées par procédé LP-DED [Ahn, 2021].
- Pour les murs :
 - Pas d’effondrement ou de fissure,
 - Une épaisseur qui varie de moins de 10%. La marge de 10% est choisie de par le fait que sur des murs fins comme construits ici, les premiers cordons ont une largeur qui va rapidement évoluer de par leur proximité avec le substrat, et donc une histoire thermique différente ;
 - Une densité supérieure à 99,95%, pour partir sur une base saine lors de la fabrication de volume. Cette vérification permet de savoir si l’incrément de hauteur entre deux couches est correctement choisi.
 - Pour les volumes :
 - Niveau de densité supérieur à 99,9%, Dans les faits, le jeu de paramètres optimisé est celui arrivant jusqu’à ce point et ayant la plus haute densité possible.

À noter que les valeurs données ci-dessus comme critères ont été choisies sur la base d’expériences antérieures, qui garantissent une bonne qualité des échantillons fabriqués pour la machine BeAM Mobile-004 utilisée dans cette étude [Balit, 2019, Telmen et al., 2023].

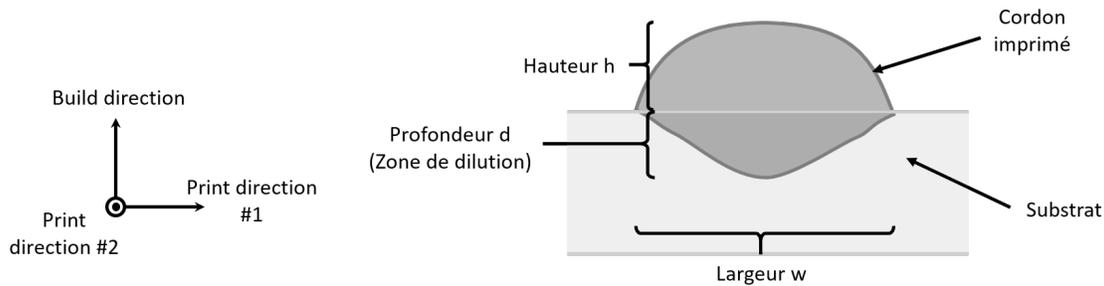


FIGURE 2.11 – Représentation des caractéristiques géométriques d’un mono-cordon imprimé sur un substrat (vue de la coupe transverse).

2.4.1 Étude des mono-cordons

Les mono-cordons ont d’abord été produits en utilisant différentes combinaisons de puissance de laser et de vitesse de balayage. Au total, quatre-vingt-dix-neuf ensembles de paramètres ont été testés (paramètres répertoriés tableau 2.7). À noter que pour chaque jeu de paramètres, trois cordons ont été imprimés pour garantir la fiabilité et la reproductibilité du processus de fabrication. Pour garantir une étude fiable et représentative des caractéristiques géométriques des cordons, chacun a été sectionné en trois endroits sur lesquels les caractéristiques géométriques ont été mesurées sur la base d’observations au microscope optique effectuées après polissage mécanique. À cette fin, trois caractéristiques ont été analysées au moyen de leur valeur moyenne : la hauteur (h), la profondeur (d) et la largeur (w), comme présenté sur la figure 2.21.

La figure 2.12 montre les morphologies de surface problématiques des mono-cordons observées dans notre étude. À une faible puissance de laser, inférieure à 175 W, on remarque qu’il existe un seuil de vitesse de lasage au-dessus duquel les cordons produits sont irréguliers, non continus et présentant des agglomérats, comme le montre la figure 2.12(b). Cet effet provient principalement d’un manque d’énergie pour faire fondre le matériau utilisé couplé à un manque de matière première déposée pendant le processus d’impression résultant d’une vitesse de balayage élevée. Même si un mono-cordon régulier et continu est réalisé, certains jeux de paramètres, à savoir 200-225 W combinés à des vitesses de lasage supérieures à 2200 mm/min, peuvent conduire à des variations importantes de largeur le long des mono-cordons imprimés, avec un écart

Puissance de laser (W)	150, 175, 200, 225, 250, 275, 300, 325 et 350
Vitesse de balayage (mm/min)	1000, 1200, 1400, 1600, 1800, 2000, 2200, 2400, 2600, 2800 et 3000
Débit massique de poudre (g/min)	7,0 ± 0,1

TABLEAU 2.7 – Paramètres d'impression pour les mono-cordons

maximum supérieur à 20%. L'uniformité de la largeur du mono-cordon est particulièrement importante pour la fabricabilité par procédé LP-DED car sa valeur permet de déterminer le taux de recouvrement lors de la production de structures. Le taux de recouvrement est un des principaux paramètres affectant la stabilité de la structure imprimé et impliquant ou non la présence de pores (en particulier les manques de fusion).

Outre les caractéristiques morphologiques de surface des mono-cordons évoquées ci-dessus, d'autres éléments doivent être pris en compte. Parmi eux l'oxydation de la surface, les "projections" résultant des éjections de particules au cours du processus d'impression, et les poudres partiellement ou totalement infondues à la surface du cordon après solidification, comme le montre la figure 2.12(c), sont à proscrire. Ces zones sont en effet considérées comme nuisibles dans l'hypothèse de réalisation de structures plus complexes. Les projections de particules, comme on les distingue sur les figures 2.12(a) et 2.12(c), sont communément considérées comme des défauts de surface dans le cas des procédés de fabrication additive. Elles peuvent fortement affecter la stabilité et l'uniformité des cordons imprimés, et jouent le rôle d'initiateur de manques de fusion et de défauts de surface, qui diminuent les propriétés mécaniques des pièces imprimées. Il a été rapporté que les projections, de tailles relativement grandes et variables, généralement supérieures à celles des particules de poudre métallique et atteignant jusqu'à quelques dixièmes de μm , présentent une composition chimique spécifique, généralement combinée à une oxydation. La présence de zones noircies en surface sur la figure 2.12(a) peut indiquer une surexposition à des températures élevées. Ces zones semblent être des marqueurs d'oxydation de surface, mais leur composition n'a pas été étudiée plus en détail dans cette étude, les paramètres menant à leur apparition étant alors mis de côté. L'apparition des projections s'avère être liée à l'instabilité du bain de fusion provoquée par la pression de recul (pression excessive liée à la projection/l'arrivée du métal sur la zone d'impression) combinée à l'effet du gaz de protection lors de l'impression. Ce phénomène a généralement été observé avec les procédés de fabrication additive, non seulement LP-DED mais également L-PBF [Khairallah et al., 2016, Gunenthiram et al., 2018].

La présence de particules de poudre non fondues ou mal fondues, comme le montre la figure 2.12(c) est principalement causée par une insuffisance d'énergie apportée pour faire fondre complètement les poudres avant de les déposer sur le substrat. Dans notre étude, un certain nombre de projections et de particules mal/non fondues peuvent être observées, avec une quantité qui varie en fonction des paramètres d'impression. Il faut noter que la quantité de projections reste raisonnable, à l'exception des mono-cordons réalisés à des vitesses lentes, c'est-à-dire inférieures à 1600 mm/min couplées à une puissance laser inférieure à 250 W.

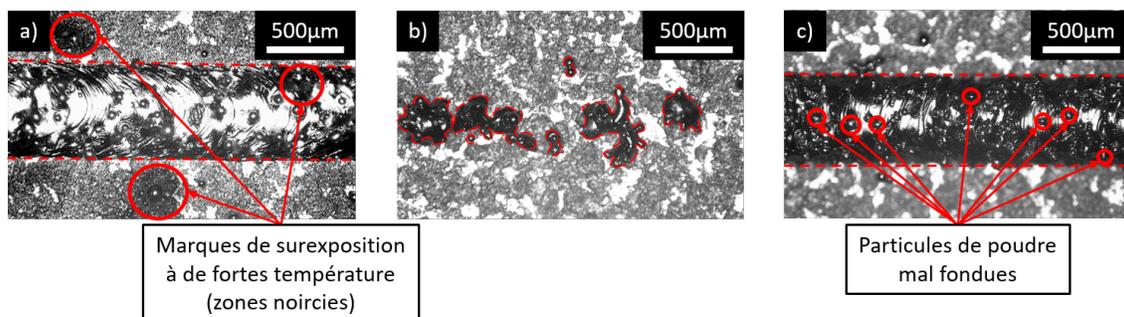


FIGURE 2.12 – Observations obtenus au microscope optique de mono-cordons montrant : (a) Cordon régulier avec des projections et zones noircies à cause de la surexposition à haute température (300 W - 2800 mm/min), (b) Cordon irrégulier avec des zones agglomérées (150 W - 2400 mm/min), et (c) Particules de poudre malfondues en surface du cordon (225 W - 1600 mm/min).

Après avoir analysé la morphologie en surface des cordons, la deuxième étape d'évaluation de la fabricabilité implique l'évolution de la hauteur de mono-cordon h et du taux de dilution D pour chacun. Outre le taux de dilution évoqué ci-dessus, une valeur de hauteur de cordon homogène et uniforme est obligatoire non seulement pour assurer une bonne stabilité des pièces imprimées, mais également pour minimiser l'apparition de porosité entre les couches car cette hauteur contribue principalement à l'identification de l'incrément de hauteur entre les couches lors de la production des volumes. Les figures 2.13 et 2.14 mettent en évidence les évolutions des caractéristiques géométriques des mono-cordons en fonction respectivement de la vitesse de balayage et la puissance du laser.

On remarque qu'à 175 W de puissance laser, l'énergie fournie par le laser est alors insuffisante pour produire des mono-cordons acceptables. En effet, la profondeur induite par ce type de paramètres est presque nulle. Dans ce cas, les cordons générés sont très fins.

On peut constater que toutes les caractéristiques géométriques étudiées (à l'exception de la dilution) diminuent de manière presque linéaire avec l'augmentation de la vitesse de balayage, quelle que soit la puissance du laser. En revanche, une puissance de laser plus faible a tendance à diminuer les caractéristiques géométriques, comme le souligne la figure 2.14 (le tout à débit de poudre constant). Cela pourrait être lié au fait qu'une puissance plus élevée et une vitesse de lasage plus lente entraînent un apport d'énergie plus important, conduisant à un plus grand nombre de particules de poudre projetées et fondues, et donc à un mono-cordon globalement plus épais.

En ce qui concerne la largeur des mono-cordons, une énergie apportée plus élevée pourrait réduire la viscosité du métal liquide à l'intérieur du bain en fusion, ce qui entraînerait une meilleure tenue et un meilleur étalement des cordons déposées. Du point de vue de la profondeur du mono-cordon, une puissance laser plus élevée ou une vitesse de balayage plus faible ont tendance à augmenter l'énergie fournie (et absorbée), ce qui améliore l'accroche au substrat du cordon imprimé de par une augmentation de la profondeur de ce dernier. Ceci est conforme aux observations rapportées dans d'autres études antérieures sur différents matériaux [El Cheikh et al., 2012a, Ansari et al., 2016, Bax et al., 2018, Balit, 2019, Telmen et al., 2023].

Dans les gammes étudiées dans notre étude, la puissance du laser semble avoir un effet plus important sur l'évolution du taux de dilution que la vitesse de lasage. Le taux de dilution augmente rapidement de 0 à 45% pour des puissances laser variant de 175 à 275 W, comme on peut le voir sur la figure 2.14. Au contraire, une modification de la vitesse de balayage ne permet que des évolutions d'au maximum une dizaine de pourcent sur le taux de dilution (cf. figure 2.13 et tableau 2.8)

L'ensemble des résultats des caractéristiques géométriques étudiées en ce qui concerne la puissance du laser et la vitesse de laser sont répertoriés dans le tableau 2.8. On note que d'autres configurations sont également rejetées car leur taux de dilution est hors de la plage souhaitée, entre 10 et 40%, par exemple dans le cas d'une puissance laser de 275 W. Un schéma récapitulatif global avec l'ensemble des problèmes soulevés en fonction des paramètres est présenté figure 2.15. Celui-ci permet de réduire de mieux visualiser les jeux de paramètres sélectionnés pour la suite de l'étude de fabricabilité.

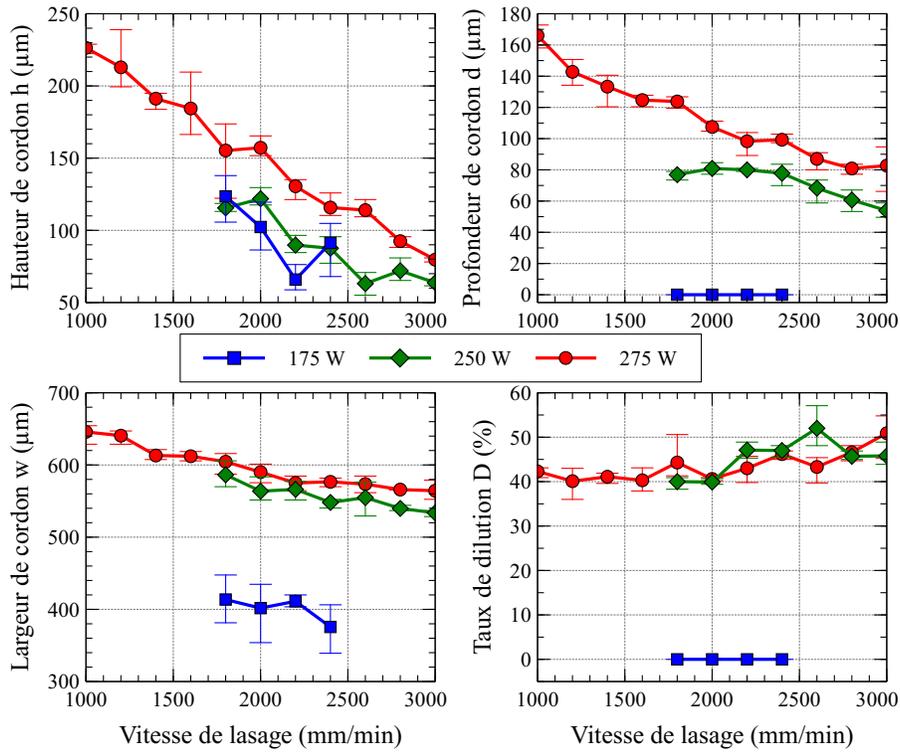


FIGURE 2.13 – Évolution des caractéristiques géométriques des mono-cordons : hauteur (h), profondeur (d), largeur (w), et taux de dilution (D), en fonction de la vitesse de lasage pour trois puissance de laser : 175 W, 250 W et 275 W.

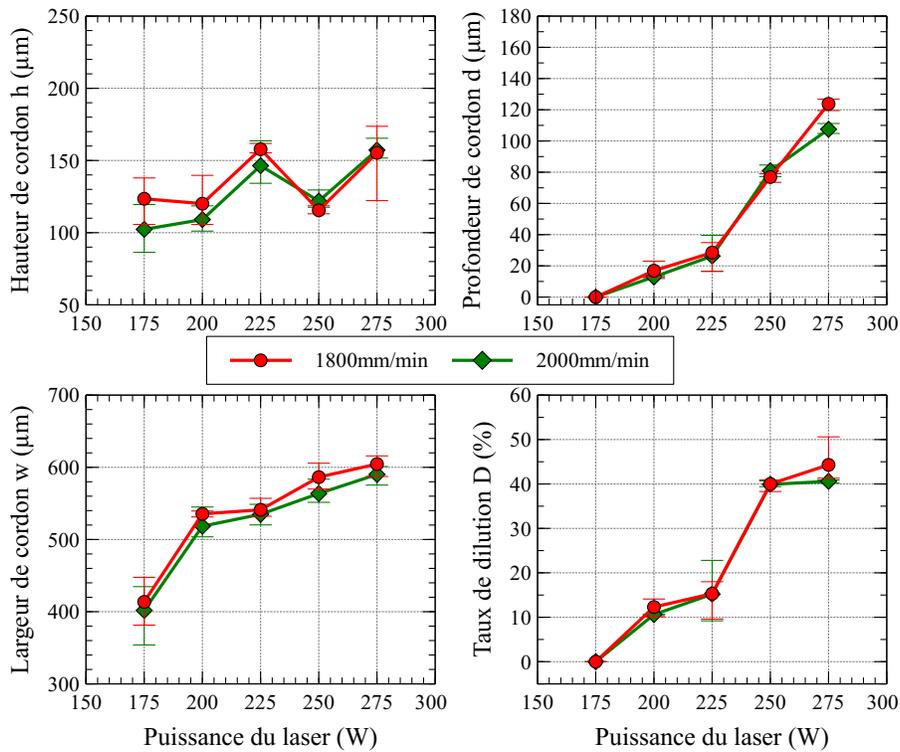


FIGURE 2.14 – Évolution des caractéristiques géométriques des mono-cordons : hauteur (h), profondeur (d), largeur (w), et taux de dilution (D), en fonction de puissance du laser pour deux vitesse de balayage : 1800 mm/min et 2000 mm/min.

P (W)	v (mm/min)	h_{moy} $\frac{h_{max}}{h_{min}}$ (μm)	d_{moy} $\frac{d_{max}}{d_{min}}$ (μm)	w_{moy} $\frac{w_{max}}{w_{min}}$ (μm)	D_{moy} $\frac{D_{max}}{D_{min}}$ (%)
175	1800	123,5 $\frac{137,9}{105,7}$	-	413,6 $\frac{447,6}{381,4}$	-
175	2000	102,3 $\frac{119,5}{86,4}$	-	401,7 $\frac{434,7}{353,9}$	-
175	2200	65,9 $\frac{76,3}{58,8}$	-	411,2 $\frac{420}{403,5}$	-
175	2400	91,3 $\frac{104,8}{68}$	-	375,6 $\frac{406,3}{339,2}$	-
200	1800	120,1 $\frac{139,7}{105,7}$	16,9 $\frac{23}{12,9}$	535,5 $\frac{539,5}{531,3}$	12,3 $\frac{14,1}{10,1}$
200	2000	109,1 $\frac{118,6}{101,1}$	12,9 $\frac{13,8}{11,9}$	518,4 $\frac{545}{503,7}$	10,6 $\frac{10,7}{10,4}$
225	1800	157,8 $\frac{161,8}{155,3}$	28,5 $\frac{34,9}{16,5}$	541,1 $\frac{557}{548,7}$	15,3 $\frac{18}{9,6}$
225	2000	146,4 $\frac{163,6}{134,2}$	26,3 $\frac{39,5}{16,5}$	534,9 $\frac{548,7}{520,2}$	15,2 $\frac{22,8}{9,2}$
250	1800	115,5 $\frac{118,6}{113,1}$	76,9 $\frac{79}{73,5}$	586,4 $\frac{605,7}{569,9}$	40 $\frac{40,9}{38,3}$
250	2000	121,9 $\frac{129,6}{117,6}$	80,9 $\frac{84,6}{77,2}$	563,7 $\frac{583,6}{551,5}$	39,9 $\frac{40,7}{39,4}$
250	2200	89,8 $\frac{96,5}{84,6}$	80 $\frac{80,9}{79}$	566,2 $\frac{577,2}{551,5}$	47,1 $\frac{48,9}{45,3}$
250	2400	87,6 $\frac{95,6}{77,2}$	77,8 $\frac{83,6}{69,9}$	548,1 $\frac{552,4}{540,4}$	47 $\frac{48,1}{45,5}$
250	2600	63,1 $\frac{70,8}{55,1}$	68,3 $\frac{73,5}{58,8}$	554,8 $\frac{576,3}{529,4}$	52 $\frac{57,1}{48,1}$
250	2800	72 $\frac{80,9}{65,3}$	60,7 $\frac{67,1}{53,3}$	539,8 $\frac{544,1}{536,8}$	45,7 $\frac{46,9}{45}$
250	3000	63,7 $\frac{66,2}{61,6}$	53,9 $\frac{58,8}{49,6}$	533,7 $\frac{536,8}{528,5}$	45,8 $\frac{48,9}{43,9}$
275	1000	226,4 $\frac{228,9}{222,4}$	166,1 $\frac{172,8}{158,1}$	645,8 $\frac{654,4}{628,7}$	42,3 $\frac{43,1}{40,9}$
275	1200	212,9 $\frac{239}{199,4}$	142,8 $\frac{150,7}{134,2}$	640,6 $\frac{647,1}{628,7}$	40,1 $\frac{43,1}{36}$
275	1400	191,2 $\frac{194,9}{183,8}$	133,3 $\frac{140,6}{120,4}$	613,1 $\frac{621,3}{607,5}$	41,1 $\frac{41,9}{39,6}$
275	1600	184,4 $\frac{209,6}{166,4}$	124,7 $\frac{127,8}{120,4}$	612,1 $\frac{618,6}{605,7}$	40,3 $\frac{43,1}{37,9}$
275	1800	155,3 $\frac{173,7}{122,2}$	123,8 $\frac{126,8}{119,5}$	604,5 $\frac{615,8}{587,3}$	44,3 $\frac{50,6}{41,3}$
275	2000	157,2 $\frac{165,4}{151,7}$	107,5 $\frac{111,2}{104,8}$	590,1 $\frac{601,1}{575,4}$	40,6 $\frac{40,9}{40,2}$
275	2200	130,5 $\frac{135,1}{121,3}$	98,3 $\frac{103,9}{89,2}$	575,1 $\frac{584,6}{564,3}$	43 $\frac{45,7}{39,8}$
275	2400	115,8 $\frac{125,9}{110,3}$	99,3 $\frac{103,9}{89,2}$	576,6 $\frac{581,8}{569,9}$	46,2 $\frac{45}{46,9}$
275	2600	114 $\frac{121,3}{109,4}$	87 $\frac{91}{80}$	573,5 $\frac{584,6}{561,6}$	43,3 $\frac{45,4}{39,7}$
275	2800	92,5 $\frac{95,6}{88,2}$	80,9 $\frac{83,6}{77,2}$	565,9 $\frac{566,2}{565,3}$	46,6 $\frac{48,1}{44,7}$
275	3000	79,7 $\frac{80,9}{78,1}$	82,7 $\frac{94,7}{66,2}$	564,3 $\frac{579}{552,4}$	50,9 $\frac{54,8}{45,3}$

TABLEAU 2.8 – Résumé des caractéristiques géométriques (*moyenne maximum minimum*, après 9 mesures effectuées) des mono-cordons fabriqués par procédé LP-DED en fonction de la puissance du laser (P) et de la vitesse de lasage (v) : hauteur (h), profondeur (d), largeur (w), et taux de dilution (D).

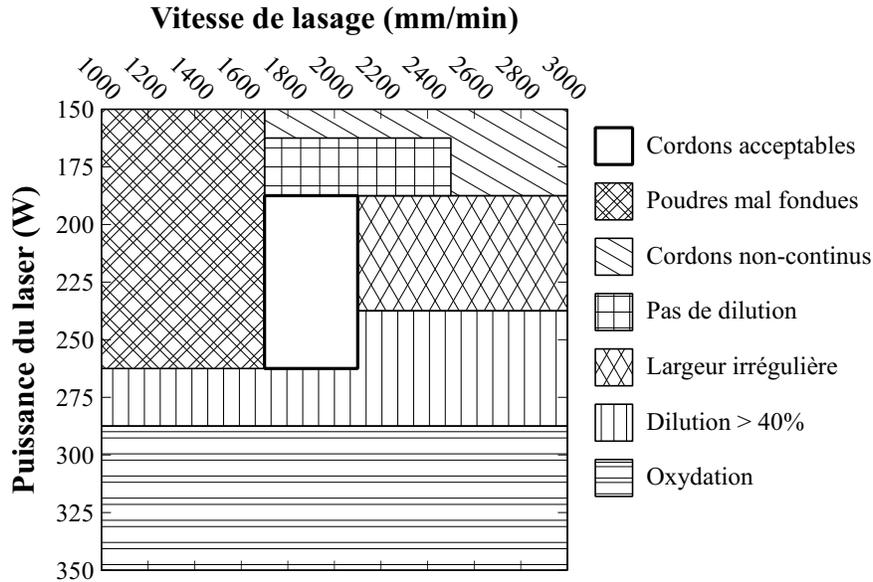


FIGURE 2.15 – Schéma résumé des caractéristiques des mono-cordons en fonction de la puissance du laser et de la vitesse de lasage.

2.4.2 Études des murs

Comme dit précédemment, à partir des observations résumées figure 2.15, un ensemble des jeux de paramètres procédé ont été sélectionnés pour produire des parois minces (murs constitué d'un seul cordon d'épaisseur). Cet ensemble est répertorié tableau 2.9. Concernant l'incrément de hauteur en z , une valeur de 0,15 mm a donc été choisie sur la base de la hauteur des mono-cordons évalués précédemment (cf. figure 2.8). Une stratégie de va-et-vient sans temps mort ajouté entre deux cordons successifs a par ailleurs été utilisée pour imprimer les parois minces. Ce choix s'est déjà avéré pertinent lors de précédentes études sur la machine d'impression pour limiter les porosités inter-couches [Balit, 2019, Telmen et al., 2023].

Il a été constaté que ces paramètres donnent des résultats concluants sur l'état de surface des murs fabriqués, avec une quantité limitée de défauts en surface et aucun effondrement constaté. À l'échelle macroscopique, aucun des murs fabriqués ne présente de fissures spécifiques, de distorsions significatives ou d'effondrement. Aussi, ils permettent d'obtenir une hauteur uniforme tout le long des murs fabriqués. Cela confirme donc le choix des paramètres du procédé dans le cadre des parois minces. Ensuite, les murs ont été sectionnés, enrobés et polis (comme décrit section 2.3.2) pour des analyses plus approfondies des caractéristiques géométriques.

Puissance du laser (W)	225, 250 et 275
Vitesse de balayage (mm/min)	1800 et 2000
Débit massique de poudre (g/min)	$7,0 \pm 0,1$
Incrément de hauteur Δh (mm)	0,15
Stratégie d'impression	Aller-retour en hauteur sans temps de repos ajouté entre deux couches

TABLEAU 2.9 – Paramètres d'impression des murs.

La figure 2.16 montre les coupes transversales des murs fabriqués, à proximité du substrat, mettant en évidence l'évolution d'épaisseur de ces derniers. Ces variations sont ensuite tracées sur la figure 2.17. L'épaisseur du mur augmente progressivement depuis le substrat jusqu'au sommet de la paroi, variant d'environ 500 à environ 700 μm . Cette valeur a tendance à se stabiliser après quelques millimètres de hauteur. Les gradients thermiques à l'intérieur de la structure imprimée peuvent expliquer ces variations. Avec une conduction thermique réduite dans les couches supérieures par rapport à celles proches du substrat, la base bénéficie de conditions d'échange thermique bien meilleures, permettant un refroidissement plus rapide et donc une matière qui se "fige" plus rapidement (et ayant moins le temps de "s'étaler"). Le tableau 2.10 résume l'épaisseur moyenne de paroi par rapport aux paramètres procédé choisis pour la fabrication des murs. On remarque que

l'écart-type de l'épaisseur des murs est inférieur à 7% pour tous les jeux de paramètres sélectionnés, ce qui confirme que les variations d'épaisseur ne sont pas critiques pour les jeux de paramètres testés.

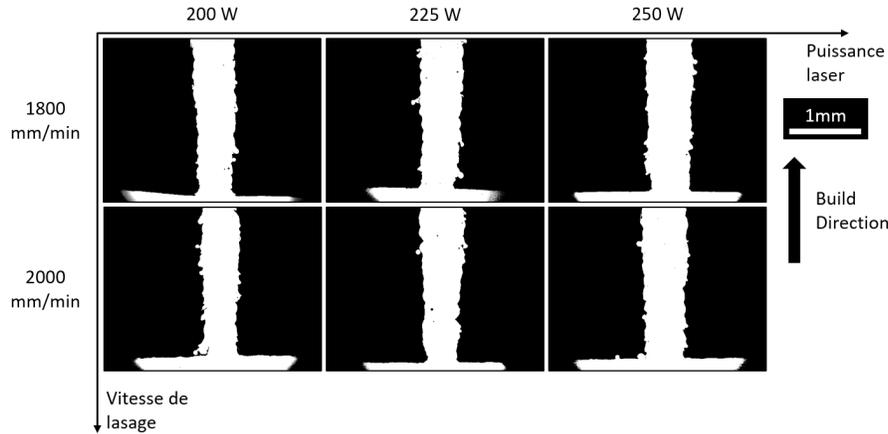


FIGURE 2.16 – Observations au microscope optique de la coupe transverse des murs, proche du substrat, imprimés avec un incrément de hauteur de 0,15 mm et un débit massique de poudre de 7,0 g/min.

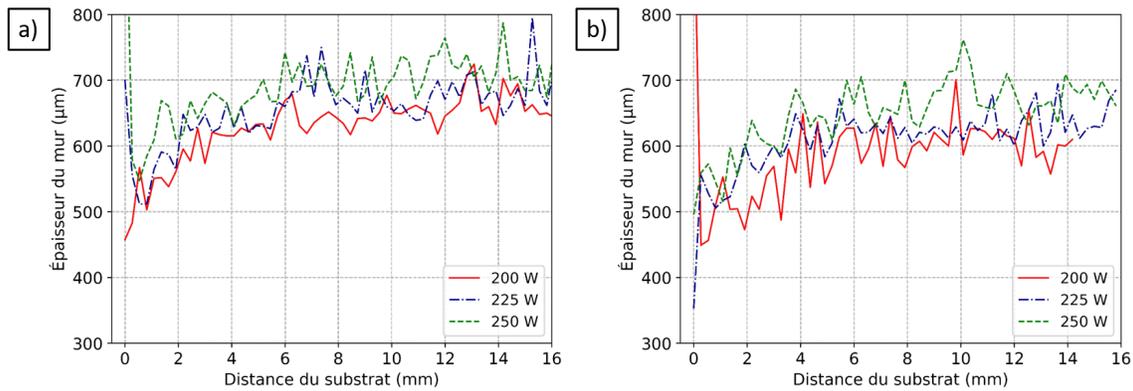


FIGURE 2.17 – Variations de l'épaisseur des murs depuis le substrat pour une puissance laser de 200 W, 225 W, et 250 W combinée à une vitesse de lasage de : (a) 1800 mm/min et (b) 2000 mm/min.

Puissance laser (W)	Vitesse de lasage (mm/min)	Épaisseur du mur (μm)
200	1800	638 ± 41
225	1800	662 ± 42
250	1800	690 ± 45
200	2000	585 ± 49
225	2000	619 ± 39
250	2000	648 ± 47

TABLEAU 2.10 – Épaisseur des murs (Moyenne \pm Écart-type).

Concernant la porosité, seules des pores sphériques (pores gazeux) d'une taille de quelques μm , peuvent être observées sur toute la surface de la section transverse (cf. figure 2.18(a)). Aucun manque de fusion n'est donc détecté, ce qui confirme le choix des paramètres du procédé utilisé pour construire les murs, notamment l'incrément de hauteur en z. Les analyses quantitatives de porosité réalisées sur micrographies optiques, au niveau de la section transverse des parois minces, combinées au traitement d'image détaillé dans la section 2.3.3, mettent en évidence que le niveau de porosité des murs fabriqués est très faible, inférieur à 0,02%. De plus, l'analyse souligne que la plus grande taille de pore, estimée comme la racine carrée du cercle équivalent, ne semble pas dépendre de la puissance du laser et de la vitesse de balayage dans la gamme étudiée, avec une valeur de 8 à 12 μm (cf. figure 2.18(b)).

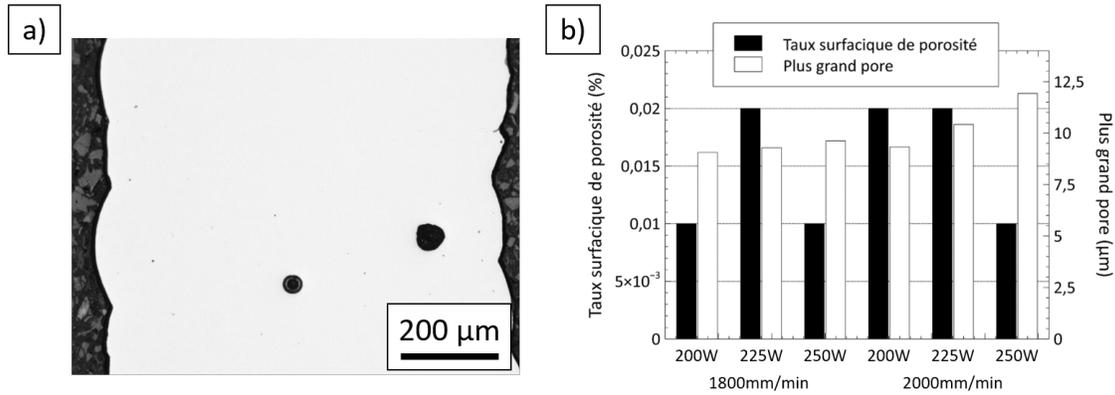


FIGURE 2.18 – (a) Micrographie optique d’un mur avec la présence de pores gazeux, (b) Évolution de la porosité et taille du gros pore détecté dans les murs en fonction de la puissance du laser et de la vitesse de balayage.

Afin de limiter les jeux de paramètres pour la fabrication des volumes, seules les combinaisons de paramètres avec une puissance laser de 225 W et 250 W ont été étudiées (celles avec une puissance laser de 200 W sont écartées). Ces jeux de paramètres présentent en effet des taux de dilution différents, sachant qu’une puissance laser de 225 W permet d’obtenir des cordons avec un faible taux de dilution (de l’ordre de 15%, comme pour celles avec une puissance laser de 200 W, d’où le choix de ne pas aussi les étudier), comparé à ceux obtenus avec une puissance de 250 W (de l’ordre de 40%), comme indiqué dans le tableau 2.8. Ce choix permet donc d’étudier l’effet des paramètres du procédé (puissance du laser et vitesse de lasage) et du taux de dilution induit sur la porosité des volumes imprimés tout en réduisant le nombre de cas étudiés.

2.4.3 Étude des volumes

Les jeux de paramètres utilisés pour produire les volumes sont résumés dans le tableau 2.11 avec la stratégie d’impression détaillée dans la figure 2.7. La stratégie d’impression en allers-retours choisie pour imprimer chaque couche peut parfois entraîner une accumulation/distribution de chaleur non homogène à l’intérieur de la pièce imprimée. Dans les cas les plus complexes, cela peut provoquer une hétérogénéité de la microstructure et des initiations de fissures induites par des contraintes résiduelles (et donc un effet néfaste sur les propriétés mécaniques) [Guévenoux et al., 2020, Baldi et al., 2023, Hwang et al., 2023, Roucou et al., 2023]. Pour s’affranchir du problème, une rotation de 90° a été effectuée entre deux couches successivement imprimées. De plus, cette rotation devrait réduire la présence de manques de fusion inter-couches à l’intérieur des blocs construits. Pour la fabrication des blocs, un taux de recouvrement de 40% (voir l’explication schématique du recouvrement figure 2.21(a)) basé sur des études précédentes sur l’acier inoxydable 316L et l’Inconel 625 a été sélectionné [Nguejio et al., 2019, Telmen et al., 2023]. Il s’est révélé optimal quant à sa capacité à limiter les porosités.

Puissance du laser (W)	225 et 250
Vitesse de lasage (mm/min)	1800 et 2000
Débit massique de poudre (g/min)	7,0 ± 0,1
Increment de hauteur Δh (mm)	0,15
Taux de recouvrement (%)	40
Stratégie d’impression	Allers-retours avec une rotation de 90° entre deux couches successives (figure 2.7)

TABLEAU 2.11 – Paramètres de fabrication des blocs imprimés.

À première vue, pratiquement aucune différence significative n’est observée pour les quatre jeux de paramètres choisis. Tous les volumes fabriqués sont réguliers avec un bon respect des tolérances géométriques et sans observation d’effondrement ou de fissures macroscopiques. L’étape suivante consiste à étudier la porosité des volumes produits en utilisant la méthodologie présentée dans la section 2.3.3. La figure 2.19 montre des échantillons représentatifs de deux pores typiques couramment observés dans les pièces fabriquées par FA, qui sont les pores gazeux de petite taille et de forme sphérique, et les manques de fusion avec une forme irrégulière et de taille plus grande en général.

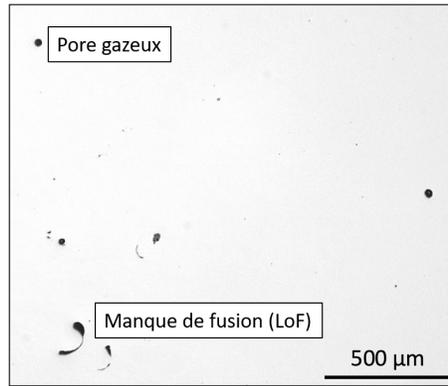


FIGURE 2.19 – Exemples représentatifs des types de pores observés dans les volumes imprimés : les manques de fusion et les pores gazeux.

Les résultats quantitatifs sont présentés sur la figure 2.20. On peut constater que le niveau de porosité moyen estimé dans l'ensemble des blocs fabriqués dans notre étude est faible, inférieur à 0,1% pour les quatre combinaisons de paramètres procédés étudiées. La figure 2.20 souligne que les échantillons imprimés avec une puissance laser de 250 W présentent un taux de porosité, inférieurs à 0,05%, plus faible que ceux obtenus avec 225 W. La combinaison de 250 W et 2000 mm/min semble être le meilleur choix pour la production d'échantillons volumiques, avec la plus faible porosité moyenne, égale à 0,04% (cf. figure 2.20). Cette valeur est cohérente avec celle obtenue par tomographie aux rayons X, qui indique une densité de 99,97%, soit 0,03% de porosité, évaluée sur le même échantillon.

Par ailleurs, la circularité moyenne des pores reste relativement élevée, supérieure à 0,8 pour les quatre échantillons imprimés. Ceci provient de la répartition des types de porosité, la proportion de manques de fusion est très faible par rapport à celle des pores gazeux, qui représente plus de 75% du total des pores détectés.

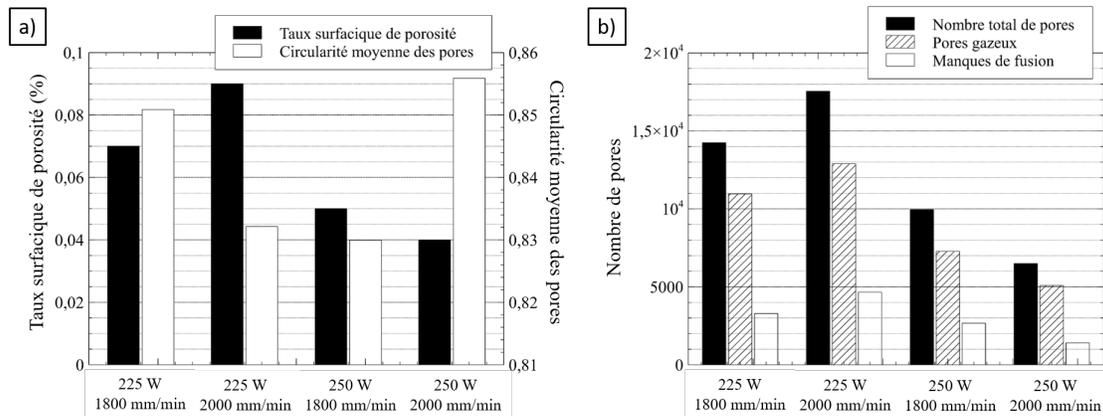


FIGURE 2.20 – Évolution des caractéristiques en lien avec la porosité des blocs en fonction de la puissance du laser et de la vitesse de lasage : (a) Fraction surfacique de pores et circularité moyenne des pores, (b) Nombres de pores total et spécifiques (manques de fusion et pores gazeux).

Ces résultats montrent que le meilleur jeu de paramètres procédés, défini lors de cette étude de fabricabilité, est de 250 W pour la puissance du laser et de 2000 mm/min pour la vitesse de lasage. Il sera donc considéré comme la combinaison optimale de puissance laser - vitesse de lasage, et comme référence "brut de fabrication", pour la fabrication d'échantillons par procédé LP-DED pour les observations de microstructures et autres caractérisations mécaniques et électro-chimiques.

2.5 Microstructures obtenues pour le SAF2507 - LP-DED après divers traitements thermiques

2.5.1 Élaboration des échantillons

Les échantillons utilisés pour observer les microstructures obtenues prennent la forme de cube d'arête 10 mm. Une fois extrait du substrat, l'échantillon subit l'éventuelle phase de traitement thermique choisie avant d'être enrobé. L'enrobage à chaud effectué sur les cubes est réalisé avec une résine conductrice Polyfast de la compagnie Struers à l'aide d'une machine Ceto Press-5 (de la même entreprise), pour un enrobage global de diamètre 30 mm. La dernière étape de préparation est le polissage, suivant le protocole ci-dessous :

- Prépolissage : papier SiC #320 pendant 2 minutes à 150 tours/min ;
- Polissage : papiers SiC #800 et #2400 pendant 5 minutes à 150 tours/min pour chacun ;
- Polissage fin : tapis à pâte diamantée 3 μm (5 min - 150 tours/min) et 1 μm (10 min - 150 tours/min) ;
- Finition à l'OPS (Oxyde Particle Suspension) pendant 2 min à 150 tours/min.

2.5.2 Étude et distribution des phases

Les microstructures, observées sur deux coupes (transverse et longitudinale), des échantillons fabriqués en acier SAF 2507 par procédé LP-DED en utilisant la combinaison de paramètres 250 W - 2000 mm/min sont présentées sur la figure 2.22. Les cartes de phases associées à ces zones sont présentées sur la figure 2.23. Comme le montre la figure 2.21, les lignes brunes et noires tracées respectivement sur les coupes transversale et longitudinale, correspondent respectivement à la limite de la zone de recouvrement entre deux cordons successivement imprimés sur une même couche dans le cas de la coupe transversale, et deux couches imprimées successivement pour la section longitudinale (mettant en évidence la limite de dilution). On constate que les micrographies optiques combinées à l'attaque chimique type Beraha modifié permettent d'obtenir un bon contraste entre la ferrite et l'austénite. La microstructure obtenue par cette méthode est cohérente avec celle montrée dans les cartographies de phases EBSD (voir figure 2.23).

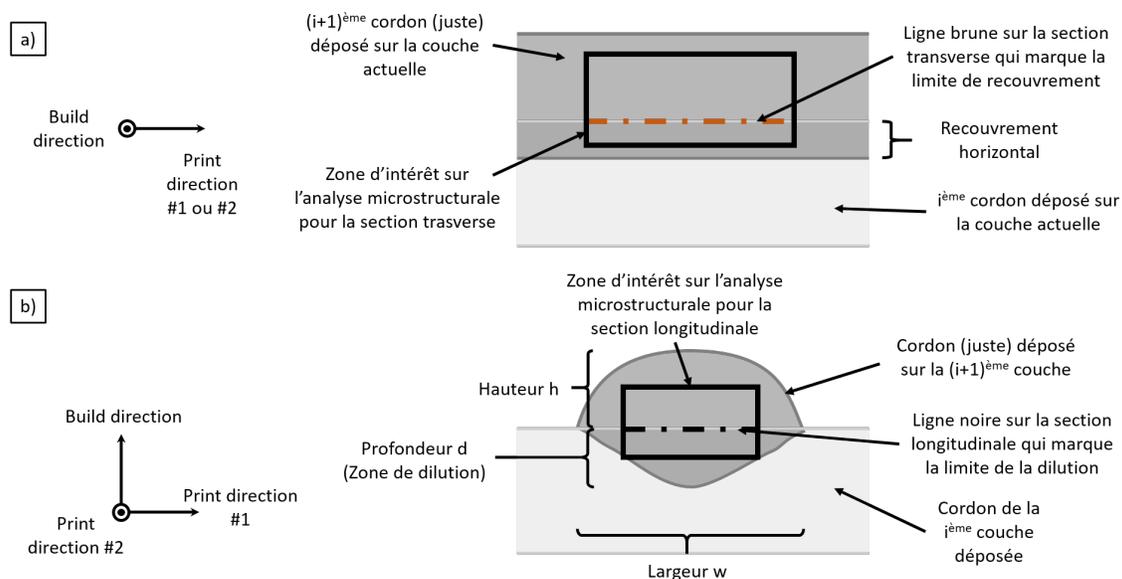


FIGURE 2.21 – Schéma illustrant les zones observées lors des analyses microstructurales selon les section (a) transverse et (b) longitudinale.

À première vue, la ferrite est la phase prépondérante après impression. À celle-ci s'ajoute de l'austénite, répartie de manière hétérogène. En fonction de zones observées, cette dernière est plus ou moins présente, sous des formes pouvant varier, comme le montre la figure 2.22. Ces observations s'appliquent quelque soit la coupe analysée.

De manière plus détaillée, sur la coupe transversale, en dehors de la zone d'interface de deux cordons, la microstructure est principalement constituée de ferrite, plus précisément d'environ 85%, valeurs estimées

à partir des cartes de phase EBSD (figure 2.23(c)). La majeure partie de l'austénite observée est intergranulaire répartie aux joints de grains de ferrite. À celle-ci s'ajoute la présence mineure d'austénite dite de Widmanstätten, sous forme d'aiguilles fines.

En revanche, au sein de la zone de recouvrement, la phase austénitique est beaucoup plus présente, tant pour les phases primaires qu'intragranulaires qui y apparaissent. Ceci induit une augmentation notable de la fraction de phase austénitique, atteignant environ 35% (figure 2.23(c)). Ce phénomène est supposé être lié au fait que la zone de recouvrement, correspondant également à la zone réaffectée thermiquement, soit refondue, soit réchauffée de manière significative lors de la formation du deuxième cordon, ce qui favoriserait la formation et la croissance d'austénite à l'intérieur de cette zone. En revanche, il semble que la zone centrale du bain de fusion solidifié soit suffisamment éloignée de l'interface pour qu'elle puisse conserver sa microstructure initiale résultant du refroidissement rapide du centre des cordons, constituées principalement de ferrite avec présence d'austénite primaire aux joints de grains. La taille et la géométrie des grains sont également directement affectées. Dans les zones de recouvrement, les grains ferritiques sont plus petits et plus circulaires, contrairement aux grains plus gros et allongés dans le reste du matériau. Ce phénomène résulte directement du chevauchement des cordons lors des passages successifs du laser.

Sur la coupe longitudinale, comme le montrent les figures 2.22(a) et (b) et figure 2.23(d), les mêmes évolutions de microstructure peuvent être observées, avec une fraction d'austénite plus importante dans la zone de dilution à l'interface entre deux couches. Les différences de proportion de phase, clairement remarquées sur les deux coupes, mettent en évidence l'hétérogénéité microstructurale du matériau imprimé LP-DED. Les observations décrites semblent cohérentes avec celles rapportées dans la littérature sur le SDSS 2507 imprimé par procédé LP-DED [Brázda et al., 2021].

En comparaison, le matériau forgé est quant à lui composé des grains globulaires uniformément répartis sur la section transversale et une structure en forme de colonne dans le sens du forgeage (figures 2.23(a) et (b)).

La taille moyenne des grains est également différente entre les deux procédés. Les grains issus du procédé LP-DED (environ 13 μm pour la ferrite et 4 μm pour l'austénite) sont en effet plus petits que ceux issus de l'alliage forgé (environ 18 μm pour la ferrite et 8 μm pour l'austénite).

La figure 2.24(a) présente un exemple de motif DRX obtenu sur la section transverse d'un échantillon imprimé par LP-DED. Outre les pics correspondant à la ferrite d'intensité relativement élevée, les pics associés à la phase austénitique peuvent être clairement observés. Cependant, aucun des pics correspondant aux phases intermétalliques secondaires, y compris la phase σ , attendus entre $(110)\alpha$ et $(200)\gamma$ [Wang et al., 2018], ou aux nitrures Cr_2N , ne peut être remarqués. Cela ne veut pas dire que ces précipités ne sont pas présents dans le matériau, mais s'ils le sont, c'est en trop faible quantité pour pouvoir être détectés. Ensuite, des affinements Rietveld ont été effectués pour quantifier la fraction de phase de ferrite et d'austénite dans les échantillons fabriqués par LP-DED (les hypothèses et la validation de celles-ci sont reprises de [Ballésio et al., 2024]). La figure 2.24(a) met en évidence que la simulation, utilisée pour quantifier les phases, est en accord avec les mesures réalisées par DRX de par l'ajustement entre les deux, ce qui justifie les hypothèses faites.

Les fractions de phase de l'austénite dans les échantillons imprimés LP-DED estimées à partir des analyses EBSD et XRD sont présentées sur la figure 2.24(b). Il est indiqué que les résultats déduits de l'EBSD sont proches de ceux obtenus à partir du raffinement Rietveld des modèles XRD. Il est à noter que pour les analyses de quantification de phase, plusieurs cartes EBSD ont été réalisées dans de grandes zones, relativement comparables à celles sur lesquelles les expériences DRX ont été effectuées (1 mm^2). La légère différence de fraction austénitique entre EBSD et DRX qui n'est pas significative, est probablement liée à la différence de volume d'interaction des rayons X, atteignant quelques μm , contre quelques dixièmes de nm de la surface analysée pour les rayons utilisés dans le cas de l'EBSD. On constate que, pour les échantillons imprimés LP-DED, la fraction d'austénite est légèrement plus élevée pour la coupe longitudinale, et peut atteindre environ 25% en moyenne pour les deux coupes observées. Dans le cas du matériau forgé, la fraction de phase estimée à partir de l'EBSD et de la DRX pour les deux sections analysées est très proche, avec presque aucune différence visible. La fraction de phase de l'austénite mesurée est d'environ 40%, ce qui n'est pas loin de la valeur attendue de 50% pour les aciers inoxydables super-duplex.

Après avoir observé l'acier inoxydable super-duplex 2507 brut de fabrication par procédé LP-DED, des traitements thermiques y sont appliqués (cf. section 2.3.5) pour connaître l'impact que peuvent avoir ces derniers, et notamment s'il est possible d'homogénéiser la microstructure obtenue précédemment et de "piloter" le matériau issu du procédé LP-DED. L'ensemble des cartographies de phases obtenues est donné figure 2.25.

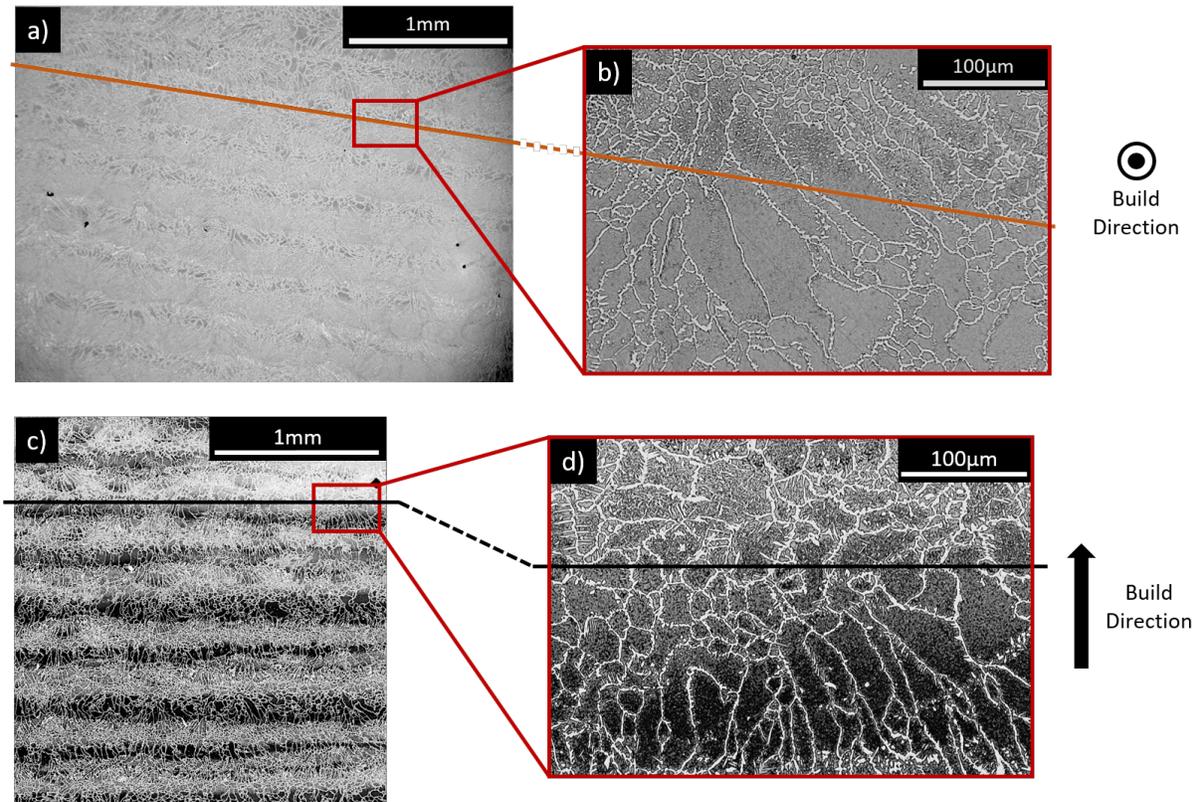


FIGURE 2.22 – Micrographies optiques montrant la microstructure de l’acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED brut de fabrication, après attaque chimique Beraha modifiée : (a) et (b) observations sur la section transverse, (c) et (d) observations sur la section longitudinale.

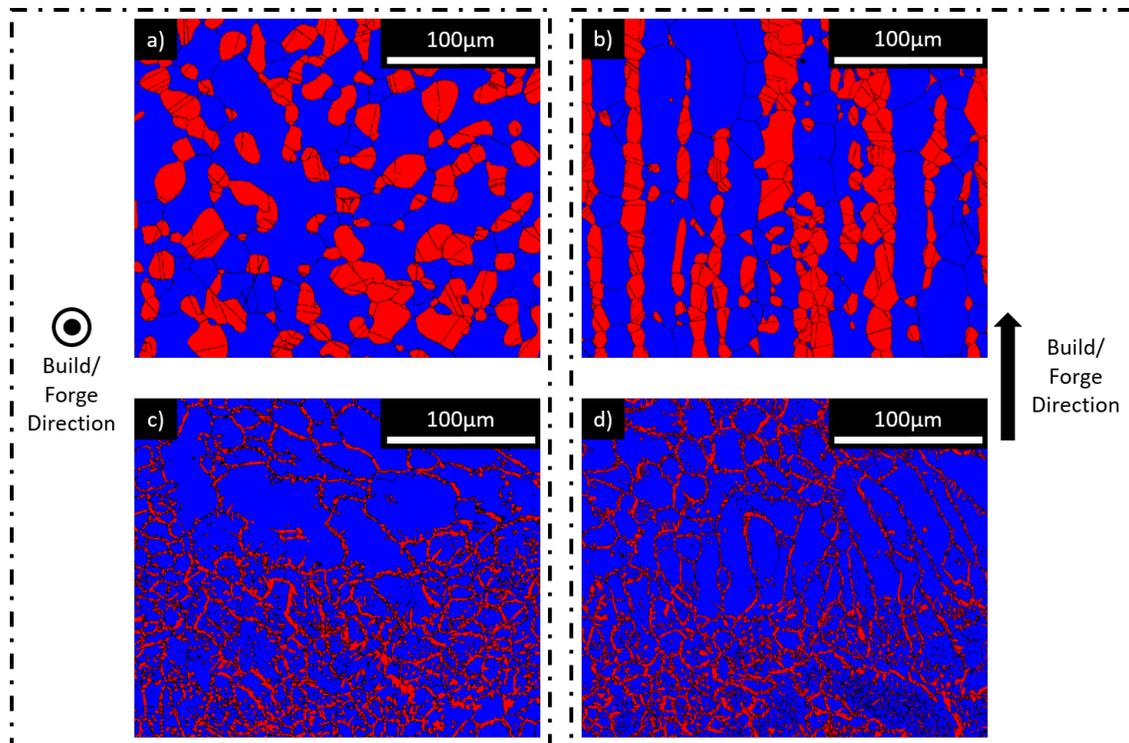


FIGURE 2.23 – Cartographies EBSD des phases (rouge : austénite et bleu : ferrite) pour le matériau forgé : (a) et (b), et imprimé par procédé LP-DED brut de fabrication : (c) et (d), sur la section transverse : (a) et (c), et longitudinal : (b) et (d).

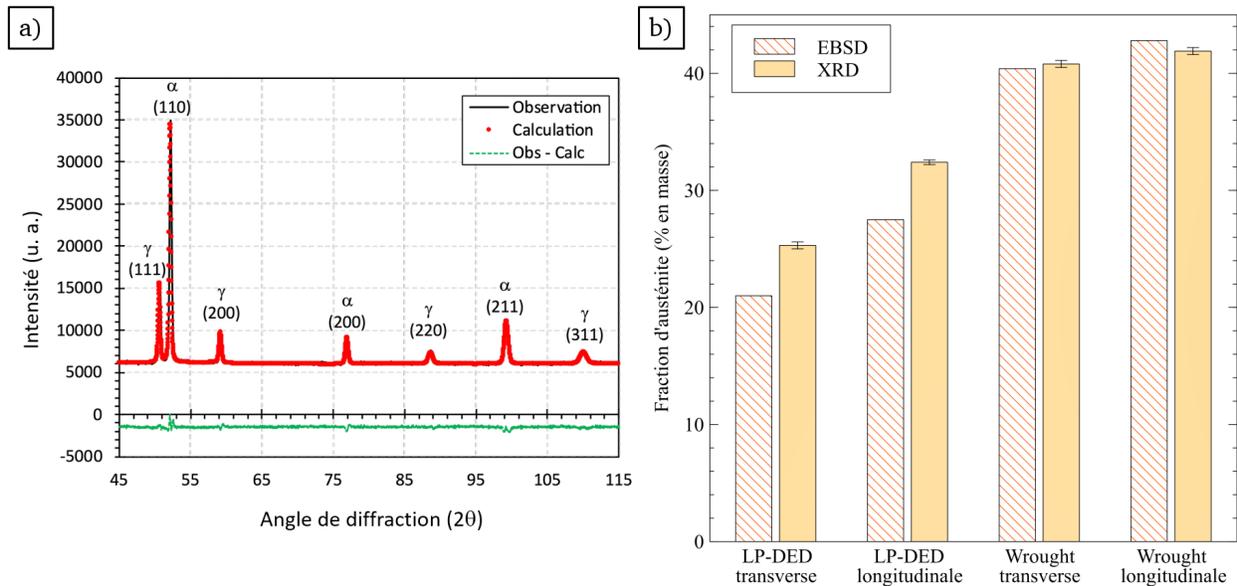


FIGURE 2.24 – (a) Une partie du diagramme DRX pour l'échantillon LP-DED brut de fabrication analysé sur la coupe transverse, comparaison de l'observation expérimentale (Obs) et du calcul (Calc) obtenu par raffinement Rietveld, (b) la fraction massique (%) d'austénite estimée à partir des analyses EBSD et DRX pour les matériaux forgé et produit par procédé LP-DED sur les coupes transversales et longitudinales.

Il souligne les différences induites par les traitements thermiques appliqués après fabrication par procédé LP-DED. Les données extraites de ces cartographies sont essentiellement la proportion des phases et le diamètre moyen de grains de chaque phase (tout comme pour le matériau forgé et imprimé brut). Toutes ces données sont répertoriées tableau 2.12 avec les données de l'acier forgé et imprimé LP-DED brut de fabrication.

Premièrement, on observe une homogénéité globale en termes de microstructure pour un même "type" de traitement thermique. En effet, sur la figure 2.25, peu de différences sont visibles entre les coupes transversale (a-b-c-d) et longitudinale (e-f-g-h) d'un même échantillon. Cela se retrouve dans les données du tableau 2.12, avec un écart maximum de 1,8% pour les proportions de phase et de 2,23 μm sur les tailles moyennes de grains.

En comparant les proportions de phase ferritique dans chacun des matériaux analysés, une variation significative est observée en fonction des différentes températures de traitement thermique. Même si tous les échantillons donnent une proportion de ferrite entre 40 et 60%, une augmentation de la température de maintien (dans la gamme étudiée) induit une augmentation de la proportion de phase ferritique dans le matériau. Par exemple pour la section transverse, cette proportion va de 43,5% pour un traitement thermique à 1050°C pendant 3 heures à 56,2% pour un traitement à 1275°C, avec des valeurs de 46,4 et 50,6% respectivement pour des températures de maintien de 1125°C et 1200°C.

La température du traitement thermique influence aussi clairement la taille des grains comme attendu. Cet effet est notable pour les deux phases présentes dans l'acier duplex étudié. Pour la phase austénitique, la taille moyenne des grains double sur la plage de température testée, avec une moyenne de 5,53 μm pour le traitement thermique à 1050°C et de 12,4 μm à 1275°C (exemple ici du plan d'étude transverse). L'accroissement des grains est de plus en plus important lorsque la température augmente. Cette augmentation de la température stabilisée du traitement thermique a un impact d'autant plus important pour la phase ferritique. En effet, la différence de taille moyenne des grains est plus importante encore (même si proportionnellement l'évolution reste plus faible) que pour l'austénite, passant de 9,19 à 17,8 μm respectivement pour les traitements thermiques à 1050°C et 1275°C sur la surface transverse. Cette tendance diminue cependant à mesure que la température augmente, contrairement à la phase austénitique.

En comparant par rapport au LP-DED brut de fabrication, l'impact des traitements thermiques est bien visible. Les traitements thermiques étudiés amènent donc à une diminution drastique du taux de ferrite par rapport au matériau brut de fabrication, passant d'environ 75% à 40-60% après traitement. D'un point de

vue de l'évolution de la taille des grains, le constat est différent. Pour la phase austénitique, l'impact est directement présent en prenant en compte la métrique de la taille moyenne des grains (taille moyenne des grains austénitiques avant traitement thermique : 4-4,5 μm). Par contre pour la phase ferritique, la discussion est plus ouverte. La microstructure obtenue directement après le procédé de fabrication LP-DED donne une taille moyenne de 13,5 à 14 μm pour les grains ferritiques, et vient se situer entre les traitements thermiques à 1125°C (12,5 μm) et 1200°C (17,4 μm). Cependant, l'impact important à retenir ici est l'homogénéisation globale de la microstructure et la réduction de l'écart moyen des tailles de grains.

Par rapport au forgé, les traitements thermiques permettent un fort rapprochement, que ce soit au niveau de la balance ferrite-austénite ou de la taille moyenne des grains. Les traitements thermiques à 1200°C et 1275°C pendant 3 heures fournissent les meilleurs résultats en terme de ressemblance avec le matériau forgé.

Procédé / Post-traitement	Face étudiée	Proportion de phase (%)		Taille moyenne des grains (μm)	
		Phase α	Phase γ	Phase α	Phase γ
Forgé	Transverse	59,9	40,1	19,39	8,27
	Longitudinal	56,6	43,4	17,56	8,35
LP-DED Brut de fabrication	Transverse	79,0	21,0	13,62	4,15
	Longitudinal	72,5	27,5	13,73	4,5
LP-DED Tth 1050°C-3h	Transverse	43,5	56,5	9,19	5,53
	Longitudinal	42,2	57,8	8,92	5,69
LP-DED Tth 1125°C-3h	Transverse	46,4	53,6	12,51	7,12
	Longitudinal	44,6	55,4	12,5	7,96
LP-DED Tth 1200°C-3h	Transverse	50,6	49,4	17,39	9,12
	Longitudinal	50,2	49,8	15,16	9,73
LP-DED Tth 1275°C-3h	Transverse	56,2	43,8	17,84	12,42
	Longitudinal	56,7	43,3	18,18	12,16

TABLEAU 2.12 – Proportion de phase et diamètre moyen des grains pour chaque des phases de l'acier 2507 pour les échantillons forgé, produit par LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement (Tth) selon le protocole section 2.3.5.

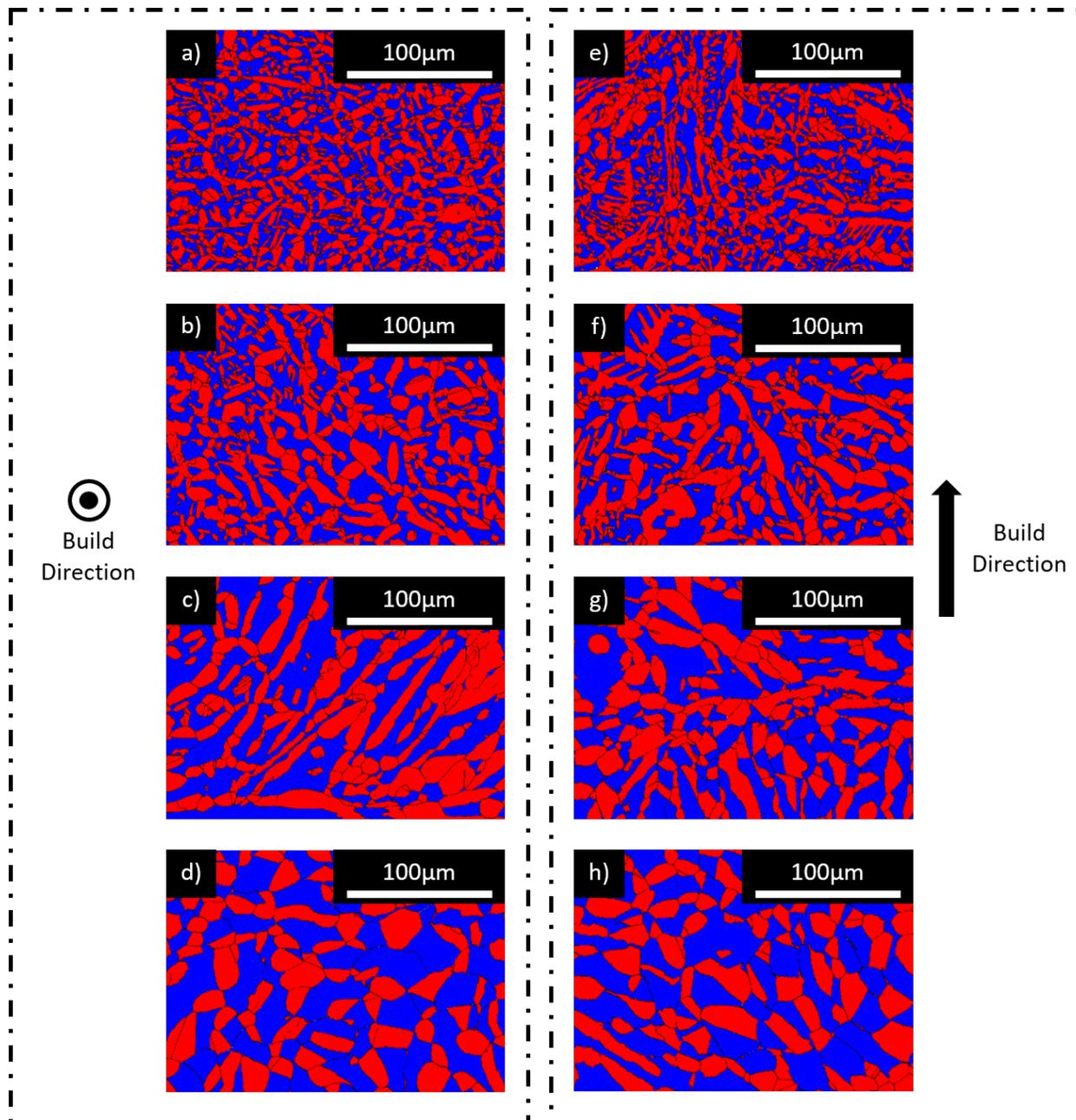


FIGURE 2.25 – Cartographie des phases (ferrite en bleu et austénite en rouge) sur les sections transverses (a-b-c-d) et longitudinales (e-f-g-h) pour les échantillons LP-DED traités thermiquement pendant 3 heures à : 1050°C (a-e), 1125°C (b-f), 1200°C (c-g) et 1275°C (d-h).

2.5.3 Orientation des grains et texture

Une analyse des figures de pôles inverses, "Inverse Pole Figure" en anglais (IPF), est réalisée pour les différents échantillons. Une figure de pôles inverse donne l'orientation cristallographique de chacun des grains par rapport à l'axe indiqué. Sur les IPF du matériau forgé, l'axe Z est équivalent à la direction de fabrication ou de forgeage, et les axes X et Y sont dans le plan perpendiculaire à cette direction. Pour les IPF du matériau imprimé brut ou traité thermiquement, l'axe Z est équivalent à la direction de fabrication, et les axes X et Y représentent chacun un axe d'impression ("print direction" sur la figure 2.8).

En considérant le matériau forgé comme référence sur la figure 2.26, les orientations des grains paraissent distribuées de façon homogène. Les grains ferritiques présentent une orientation légèrement préférentielle dans la direction $\langle 011 \rangle$ par rapport à la direction de forgeage (figure 2.26(c)), par opposition à la direction $\langle 111 \rangle$ dans le cas des grains austénitiques (figure 2.26(d)). Cela semble être cohérent avec les observations rapportées dans [El Bartali, 2007].

Pour ce qui est de l'acier 2507 imprimé et observé brut de fabrication, il est montré (figure 2.27) que ni la ferrite ni l'austénite ne présentent réellement non plus d'orientation privilégiée. Cependant, il semble que les cristaux ferritiques soient légèrement orientés dans ou près des directions $\langle 001 \rangle$ et $\langle 011 \rangle$ par rapport à la direction de construction (figure 2.27(c)). Quant à l'austénite, une partie de ses cristaux semble être orientée de préférence dans la direction $\langle 111 \rangle$ par rapport à la direction de fabrication de l'échantillon (figure 2.27(d)). Il faut cependant noter que les textures évoquées précédemment reste très faibles en termes d'intensité.

Les cartographies d'orientation des grains selon l'axe Z pour les échantillons traités thermiquement à 1050°C et 1275°C pendant 3 heures, sont montrées respectivement sur les figures 2.28(b) et 2.29(b), et permettent de souligner qu'aucune orientation ne semble non plus être privilégiée pour les grains en général (sans différenciation de leur phase, cf. 2.28(a) et 2.29(a)). En s'attardant sur les figures inverses de pôles figures 2.28(c-d) et figure 2.29(c-d), discriminant les grains en fonction de leur phase ((c) pour la phase ferritique et (d) pour la phase austénitique), aucune des deux phases ne semble avoir d'orientation privilégiée : le maximum de la fonction de distribution d'orientations reste en effet inférieur à 2. Les mêmes conclusions peuvent être tirées pour les deux autres traitements thermiques, à 1125 et 1200°C pendant 3 heures. Les matériaux créés par le procédé LP-DED et traités thermiquement suivant le protocole choisi ne présentent donc pas de texture spécifique.

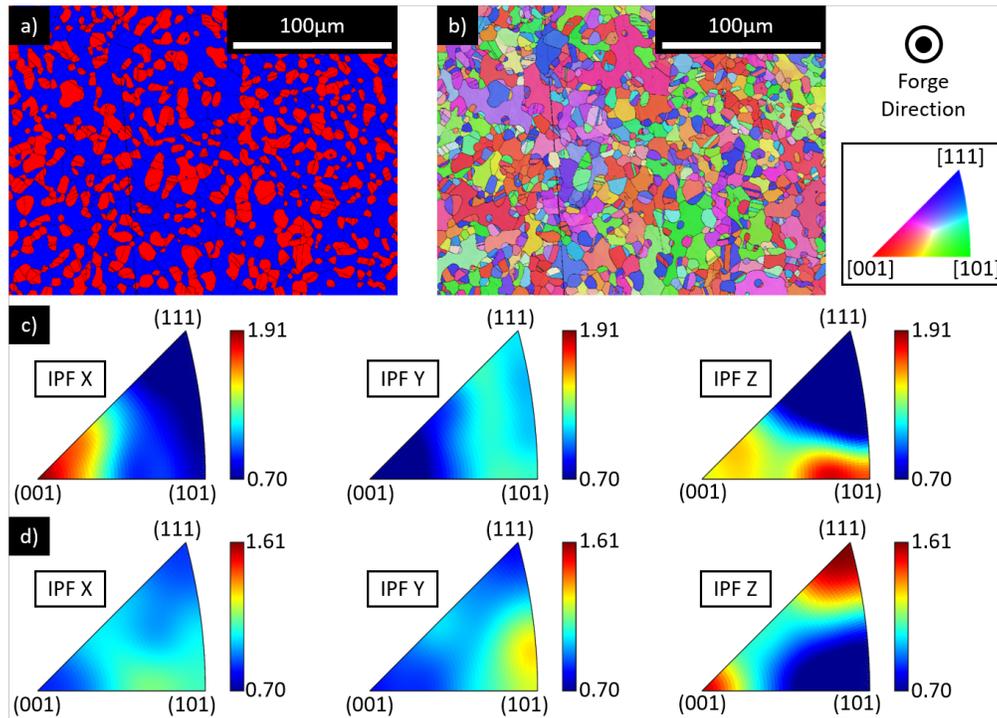


FIGURE 2.26 – (a) Cartographie EBSD de phases du matériau forgé (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de forgeage, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de forgeage, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de forgeage.

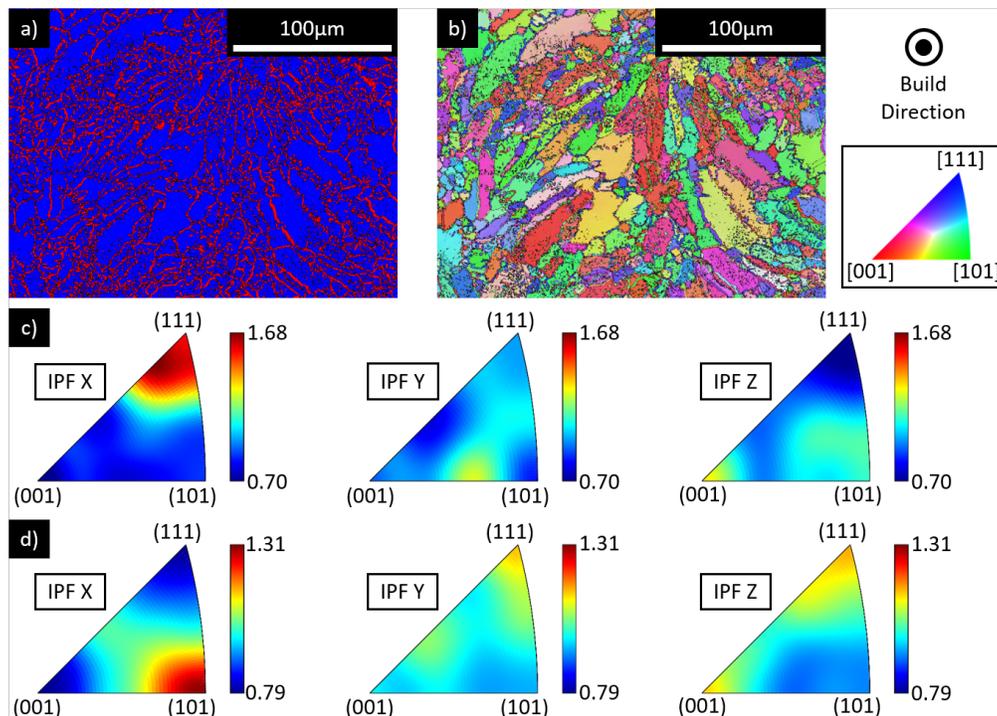


FIGURE 2.27 – (a) Cartographie EBSD de phases du matériau imprimé LP-DED brut de fabrication (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de fabrication, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de fabrication, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de fabrication

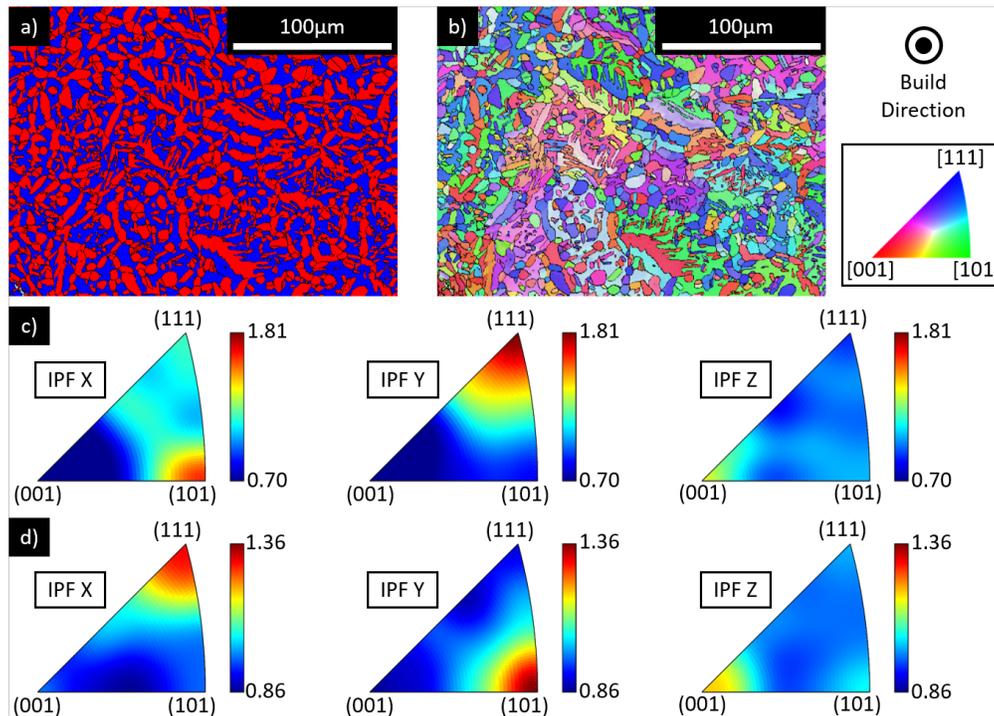


FIGURE 2.28 – (a) Cartographie EBSD de phases du matériau imprimé LP-DED et traité thermiquement à 1050°C durant 3 heures (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de fabrication, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de fabrication, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de fabrication

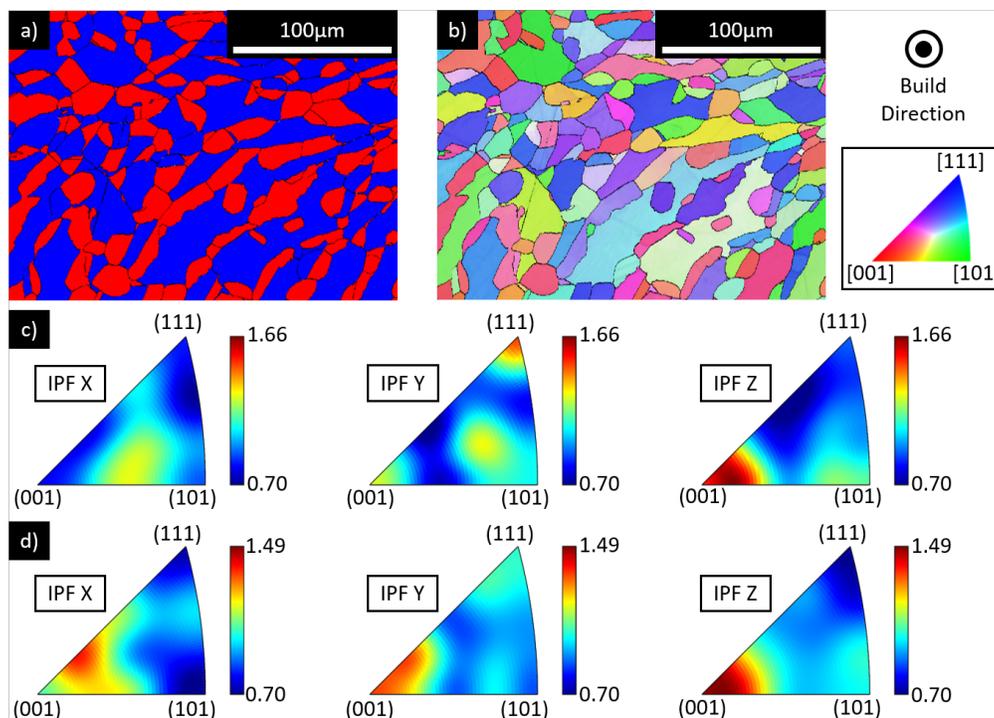


FIGURE 2.29 – (a) Cartographie EBSD de phases du matériau imprimé LP-DED et traité thermiquement à 1275°C durant 3 heures (rouge : austénite, bleu : ferrite), (b) carte d'orientation avec l'axe de référence parallèle à l'axe z correspondant à la direction de fabrication, (c) figures de pôles inverses de la ferrite par rapport à la direction de fabrication, (d) figures de pôles inverses de l'austénite par rapport à la direction de fabrication

2.6 Caractérisation des propriétés mécaniques sous sollicitation monotone

Dans cette partie, des essais de traction uniaxiale et de dureté Vickers sont exposés. En amont des résultats sont rédigés la description, le protocole ainsi que l'élaboration des éprouvettes pour chacun de ces deux essais.

2.6.1 Description et protocole des essais

Essai de dureté

La dureté d'un matériau, quelle que soit sa composition, est définie comme sa résistance mécanique à la pénétration par un corps dur. Les tests de dureté les plus répandus sont ainsi les essais de dureté par pénétration. Le principe consiste à appliquer une force de compression au matériau testé par l'intermédiaire d'un embout quasi-indéformable, souvent en diamant. Ce chargement laisse une empreinte permanente dans l'échantillon du fait de sa plasticité (figure 2.30(a)). Il existe de nombreux types d'essai de dureté, notamment en fonction de la géométrie de l'embout utilisé.

Dans cette étude, l'essai de dureté Vickers sera utilisé. Pour cet essai, un embout pyramidal (à base carrée) est ainsi nécessaire, il possède des angles de $136(\pm 0,5)^\circ$ entre deux faces opposées (en accord avec la norme ISO-6507).

Les mesures de dureté Vickers sont faites sur une machine Mitutoyo MVK-H1 suivant le protocole ci-dessous :

- Une charge de 1 kg est appliquée sur l'échantillon durant 30 secondes pour faire une indentation ;
- Les mesures des deux diagonales issues de l'indentation (D_1 et D_2 sur la figure 2.30(b)) sont réalisées par microscope optique (directement inclus dans la machine) ;
- Un calcul automatique de la dureté Vickers est fait suivant la formule 2.2

$$HV = \frac{0,1891 \cdot charge(kg) \cdot g(m/s^{-2})}{\left(\frac{D_1(mm)+D_2(mm)}{2}\right)^2}. \quad (2.2)$$

Entre cinq et sept indentations sont effectuées (figure 2.30(c)) sur chacune des sections étudiées du cube (cf. figure 2.8) afin d'obtenir une première estimation de la dispersion et donc une analyse statistique suffisamment fiable. Grâce aux résultats, une moyenne et un écart-type cohérents sont ainsi calculés.

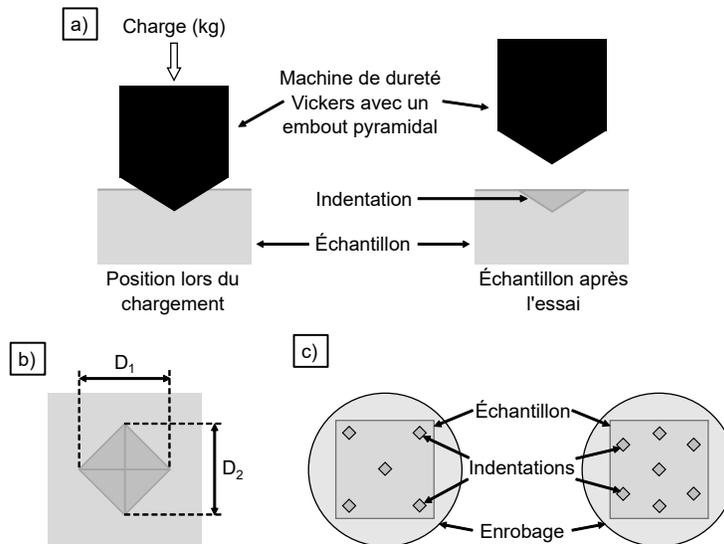


FIGURE 2.30 – Représentations (a) d'un essai de dureté Vickers, (b) de l'empreinte laissée par cet essai et (c) de la localisation des indentations sur un échantillon

Essai de traction

Un essai de traction dit uniaxial donne classiquement des informations utiles sur le comportement du matériau étudié selon l'axe de travail. Il permet en outre d'avoir accès à des paramètres mécaniques de base comme la résistance ultime en traction du matériau ou l'allongement à rupture. Tout ceci permet de caractériser le matériau et de mener des comparatifs entre les différents procédés. Des essais de traction uniaxiaux, c'est-à-dire sous un chargement uniaxial, sont ainsi réalisés sur l'acier inoxydable super duplex 2507 élaboré par les procédés de forgeage et de fabrication additive LP-DED.

Cette caractérisation est réalisée sur une machine de traction électro-mécanique Instron 5967 équipée avec une cellule de force de 30 kN. Les essais sont pilotés en déformation, à une vitesse de 10^{-3} s^{-1} . Un extensomètre est utilisé pour garantir une mesure fiable de la déformation mécanique a minima pour le début de l'essai. Celui-ci est retiré autour de 15 à 20% d'allongement de l'éprouvette, mais les données acquises en amont permettent de recalculer la déformation estimée à partir du déplacement de la traverse sur l'ensemble de l'essai afin d'obtenir une courbe contrainte-déformation conventionnelle.

Une fois les essais réalisés, une analyse des résultats obtenus est nécessaire pour extraire les informations relatives au comportement mécanique du matériau. Une courbe, comme celle représentée figure 2.31, est ainsi obtenue à la fin de l'essai. Sur ce graphique l'axe des abscisses est identifiée comme la déformation conventionnelle ϵ (équation 2.3) et l'axe des ordonnées par la contrainte conventionnelle σ (équation 2.4), définies de la façon suivante

$$\epsilon = \frac{L - L_0}{L_0}, \text{ avec } L : \text{longueur actuelle et } L_0 : \text{longueur initiale de l'éprouvette.} \quad (2.3)$$

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \text{ avec } F : \text{force actuelle appliquée et } S_0 : \text{section initiale de l'éprouvette.} \quad (2.4)$$

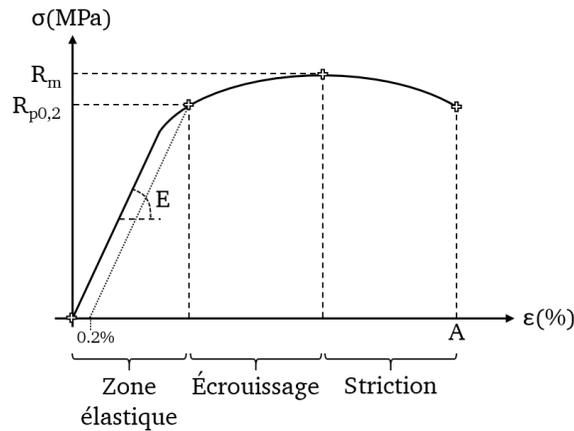


FIGURE 2.31 – Courbe typique contrainte-déformation conventionnelle à partir d'un essai de traction

2.6.2 Élaboration des échantillons

Essai de dureté

Les éprouvettes d'essai de dureté sont des cubes de 10 mm de côté, tout comme les échantillons utilisés pour l'étude de la microstructure. À la suite d'un éventuel traitement thermique (protocole section 2.3.5), ces derniers sont enrobés à chaud dans une résine non-conductrice Multifast Green de la compagnie Struers, donnant un diamètre d'enrobage de 25 mm. Le protocole de polissage ensuite appliqué suit celui décrit plus haut pour l'étude de microstructure, au détail près qu'il est arrêté après l'utilisation du tapis avec la pâte diamantée $1 \mu\text{m}$.

Essai de traction

Pour les essais de traction, des cylindres de 115 mm de long et 15 mm de diamètre sont imprimés. L'axe de révolution est choisi coïncident avec la direction de fabrication (Build direction sur la figure 2.8). L'impression

est donc faite de sorte que les directions de fabrication et de sollicitation soient confondues. Après l'extraction du substrat, les cylindres sont traités thermiquement si nécessaire (suivant le protocole rédigé partie 2.3.5). Tous les cylindres sont ensuite usinés suivant les dimensions de l'éprouvette cylindrique figure 2.32 et polis au papier SiC #1200.

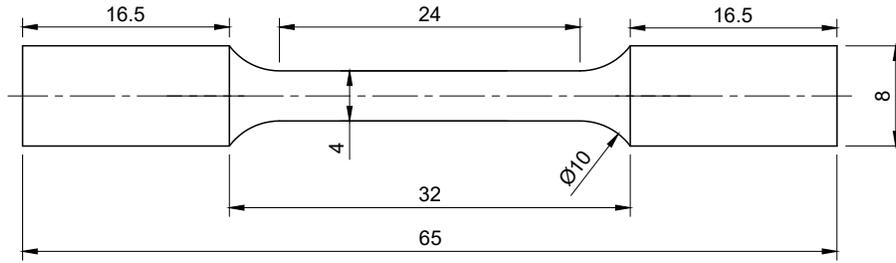


FIGURE 2.32 – Schéma des éprouvettes d'essai de traction (dimensions en mm).

2.6.3 Résultats

Essais de dureté

Les valeurs moyennes et écarts-types obtenus pour chaque échantillon testé sont répertoriés dans le tableau 2.13. Quels que soient le matériau et la face étudiée, il est important de noter que les écarts-types sont tous inférieurs à 4% de la valeur moyenne associée. Ce résultat est d'autant plus notable pour le matériau brut de fabrication produit par procédé LP-DED, car celui-ci présente tout de même de très fortes hétérogénéités (cf. section 2.4).

La figure 2.33 permet de mettre en avant d'autres observations. Premièrement, la dureté Vickers varie peu, voire ne varie pas du tout, entre l'analyse des deux surfaces (longitudinale et transverse) d'un même matériau (même procédé et traitement thermique). La plus grande différence de moyennes entre les deux faces est ainsi inférieure à 3% (pour le matériau élaboré par LP-DED brut de fabrication).

Les valeurs pour les différents traitements thermiques effectués montrent par ailleurs que, quelle que soit la température du traitement thermique maintenue pendant 3 heures (sur la plage de températures étudiée), la dureté Vickers reste quasiment la même. Elle est ainsi estimée entre 270 et 280 *HV* pour tous les traitements réalisés. Ces données soulignent que certains changements microstructuraux (lorsqu'ils restent assez limités en intensité), comme la proportion de phase et/ou la taille moyenne des grains, ont un impact limité sur la macrodureté du matériau, ou tout du moins dans l'étude présentée ici qui considère le cas de matériaux avec des séquences thermiques similaires depuis la fabrication jusqu'au post-traitement (ici le même procédé et la même durée de traitement thermique sont utilisés). Cet impact limité peut résulter d'une compensation entre l'effet d'une augmentation du taux de ferrite (pouvant faire augmenter la dureté) et celui d'une augmentation globale de la taille des grains (amenant, elle, à une diminution de la dureté à cause de l'effet de Hall-Petch [Aubin, 2001]).

Le traitement thermique amène toutefois à une réduction de la dureté Vickers, passant de 300 *HV* pour le brut de fabrication jusqu'à la valeur mentionnée juste avant (270-280 *HV*), ce qui est cohérent avec la microstructure observée (un taux de ferrite plus faible et une taille moyenne grains plus élevée). L'acier 2507 forgé reste la nuance la moins dure, avec une dureté Vickers de 250-260 *HV*. Un classement est donc clairement établi, avec le matériau brut de fabrication produit par procédé LP-DED identifié comme le plus dur, suivi par ses homologues traités thermiquement et enfin le matériau forgé (pour notre cas d'étude : l'acier inoxydable super-duplex 2507).

Procédé / Post-traitement	Surface transversale		Surface longitudinale	
	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
Forgeage	254,4	5,6	259,1	2,8
LP-DED Brut	303,7	7,8	296,3	6,9
LP-DED Tth 1050°C-3h	276,4	11,0	273,6	4,7
LP-DED Tth 1125°C-3h	273,3	4,2	272,5	3,4
LP-DED Tth 1200°C-3h	271,1	9,2	273,5	4,2
LP-DED Tth 1275°C-3h	276,0	4,3	274,2	5,5

TABLEAU 2.13 – Moyennes et écarts-types obtenus après les essais de dureté Vickers

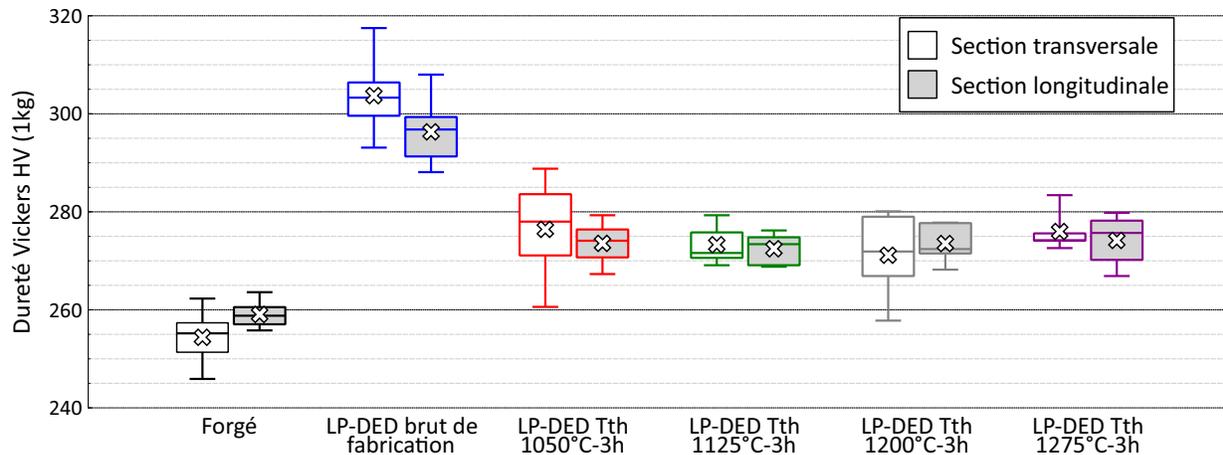


FIGURE 2.33 – Résultats des essais de dureté Vickers HV(1kg) pour l’acier forgé, produit par procédé LP-DED brut de fabrication et traité thermiquement (Tth)

Essais de traction

Les courbes obtenues à l’issue des essais de traction sont présentées sur la figure 2.34. Sur celles-ci, on peut visualiser aisément que le procédé employé ainsi que le traitement post-fabrication permettent d’obtenir des comportements différents notamment après le régime élastique, tout en gardant un module d’Young globalement constant comme attendu. En effet, l’élaboration brute par procédé LP-DED de l’acier 2507 amène à obtenir un matériau plus résistant mais aussi moins ductile. À l’inverse, l’acier obtenu par forgeage montre une limite d’élasticité plus basse mais permet un allongement avant rupture plus important.

Les échantillons traités thermiquement à partir d’une fabrication par procédé LP-DED montrent un comportement assez différent des deux cités précédemment. D’abord, quelle que soit la température de traitement étudiée, la courbe contrainte-déformation obtenue est sensiblement la même. Il semblerait donc que la température de traitement thermique dans la gamme étudiée (1050 à 1275°C pendant 3 heures) ne joue pas un rôle de premier ordre sur les propriétés en traction uniaxiale, à l’exception de la limite d’élasticité (croissante avec la température de maintien du traitement thermique). Cependant le traitement thermique induit toutefois une réduction de la limite d’élasticité, assez importante pour devenir plus faible que celle du forgé, et de la limite ultime en traction, qui globalement se situe à un niveau moyen entre celles du LP-DED brut de fabrication et du forgé. En contrepartie, l’allongement à rupture est fortement augmenté, puisqu’il concurrence même l’acier 2507 forgé (cf. tableau 2.14).

Les constats qui peuvent être fait au sujet de l’influence du traitement thermique par rapport au procédé LP-DED sont donc parfaitement cohérent avec ceux de la littérature [Brázda et al., 2021], bien que la machine ainsi que les paramètres d’impression utilisés soient différents. On obtient finalement un comportement en traction monotone assez semblable entre les éprouvettes LP-DED traités thermiquement et la référence forgée.

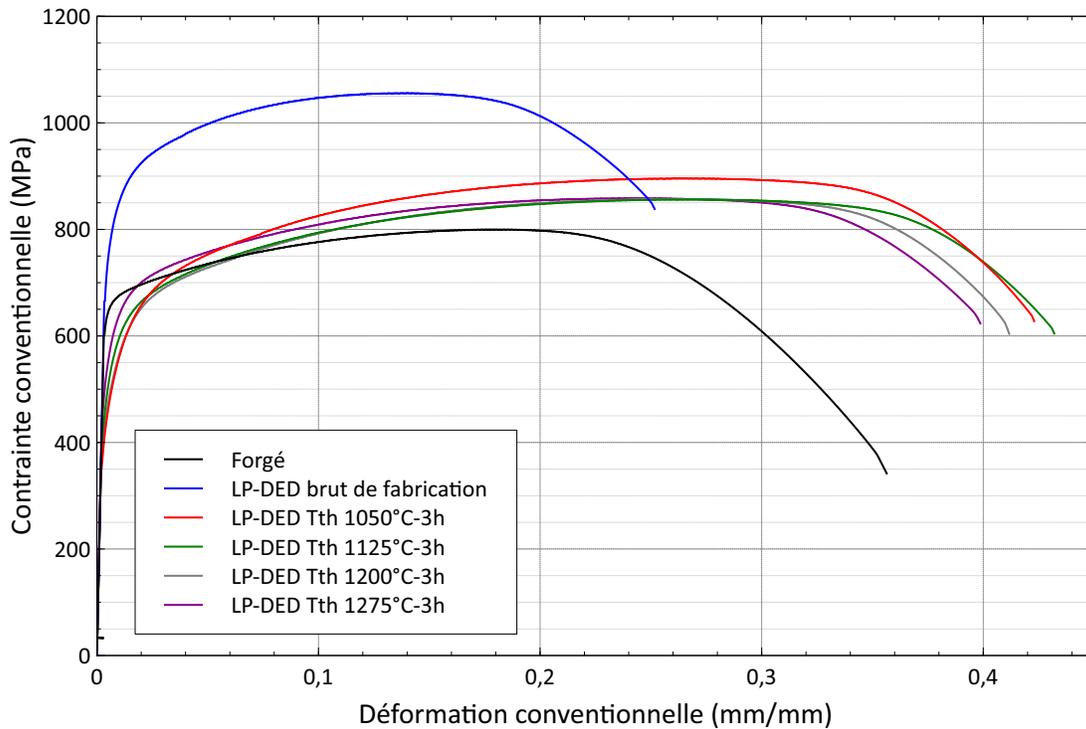


FIGURE 2.34 – Courbes contrainte-déformation conventionnelle à partir d’essais de traction réalisés sur le forgé, LP-DED brut et traités thermiquement (Tth) à 1050, 1125, 1200, 1275°C pendant 3 heures

Procédé / Post-traitement	Module d’Young (GPa)	Limite de plasticité à 0,2% (MPa)	Limite ultime en traction (MPa)	Allongement à rupture (%)
Forgeage	193 ± 0	645 ± 11	824 ± 11	42,4 ± 6,0
LP-DED Brut	197 ± 5	791 ± 21	1052 ± 6	28,3 ± 2,4
LP-DED Tth 1050°C-3h	195 ± 7	443 ± 26	907 ± 15	42,1 ± 2,3
LP-DED Tth 1125°C-3h	195 ± 3	473 ± 2	867 ± 12	40,1 ± 4,1
LP-DED Tth 1200°C-3h	193 ± 2	499 ± 82	859 ± 4	39,0 ± 2,9
LP-DED Tth 1275°C-3h	199 ± 9	505 ± 28	858 ± 6	40,3 ± 0,8

TABEAU 2.14 – Module d’Young, limites d’élasticité et ultime en traction et allongement à la rupture pour l’acier forgé, produit par procédé LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement (Tth)

2.7 Conclusion du chapitre

Toute l’étude de fabricabilité a permis d’obtenir les paramètres procédés amenant à l’impression de la matière la plus saine possible. Pour réaliser cette étude, un tri par étapes a été effectué.

Tout d’abord des cordons ont été imprimés avec un grand nombre de jeux de paramètres, avec neuf puissances de laser différentes entre 150 et 350 W et 10 vitesses de lasage entre 1000 et 3000 mm/min. Les premières combinaisons écartées à la suite de l’étude de fabricabilité ont été celles menant à des problèmes de mauvaise ou non-imprimabilité de la matière : cordons discontinus ou de largeur trop irrégulière, marques de surexposition à de fortes températures proche ou sur le cordon, ou encore un nombre importants de particules de poudre non-fondues/mal-fondues. Une attention toute particulière a aussi été portée sur la dilution, dont le juste équilibre permet de s’affranchir d’un grand nombre de pores tout en gardant une accroche suffisante au substrat ou intra-matière.

Après ce premier tri, des murs ont été fabriqués avec les six configurations paramétriques restantes. Un premier examen est mené à l’échelle macroscopique, où l’attention est portée sur les potentiels effondrements de matière de part et d’autre de la paroi fine et sur l’évolution de l’épaisseur de cette paroi. Les observations montrent que les configurations paramétriques étudiées ne créent aucun effondrement et maintiennent une variation faible de l’épaisseur du mur imprimé sur toute sa hauteur (caractéristique d’une stabilisation rapide

de l'épaisseur finale). Enfin, une étude de la porosité des murs a montré une densité très importante des murs ($\geq 99,98\%$) et équivalente pour tous les jeux de paramètres étudiés.

Pour finir l'étude de fabricabilité, des volumes ont été imprimés. Après avoir inspecté l'état de surface et les dimensions géométriques de ces volumes, sans constater de problèmes, une évaluation de la porosité a été réalisée pour chacun. Il s'agit de déterminer quels types de pores étaient finalement présents et en quelle quantité. Il se trouve que les pores présents dans tous les volumes étudiés sont majoritairement des pores sphériques (associés aux pores gazeux), mais en très faible quantité pour des volumes imprimés ($\leq 0,1\%$ du volume total). Le jeu de paramètres amenant au matériau le plus dense parmi tous, avec un taux de porosité de $0,04\%$, est celui avec un puissance de laser de 250 W et une vitesse de balayage de 2000 mm/min .

Toutes ces étapes ont donc finalement permis d'extraire un jeu de paramètres optimal pour la fabrication de l'acier inoxydable super duplex SAF2507 avec la machine d'impression BeAM Mobile-004 fonctionnant par procédé LP-DED ($250\text{ W} - 2000\text{ mm/min}$ pour un débit massique de poudre imposé à $7,0\pm 0,1\text{ g/min}$).

Il s'en est suivi une étude comparative des microstructures entre les matériaux imprimés par procédé LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement à différentes températures avec celui forgé. Juste après l'impression, la matière porte encore énormément les traces du procédé de fabrication (bien qu'aucune texture cristallographique ne soit véritablement apparue). Cependant après l'application d'un traitement thermique, la microstructure s'homogénéise et s'équilibre d'un point de vue des phases, pour se rapprocher de l'acier forgé. Sur la gamme de température étudiée, une augmentation de la température du traitement thermique mène à une augmentation de la proportion de ferrite dans la matière. Par rapport à la bibliographie, d'importantes similitudes sont observables avec les travaux de Salvetr & al. [Brázda et al., 2021, Salvetr et al., 2022], a contrario des résultats obtenus par Iams & al. [Iams et al., 2020].

Du point de vue des propriétés mécaniques, l'impression par procédé LP-DED mène à un matériau plus dur, plus résistant à la sollicitation en traction uniaxiale, mais aussi moins ductile par rapport au matériau forgé. Le traitement thermique amène certes une réduction au niveau de la dureté et des limites d'élasticité et ultime de traction à comparer au brut de fabrication, mais par contre améliore grandement la ductilité du matériau. Quel que soit le traitement thermique appliqué pour la gamme de température étudiée, le comportement obtenu dans ce cadre d'étude est sensiblement le même. En outre, le rapprochement entre le matériau forgé et ceux imprimés par procédé LP-DED et traités thermiquement est tout autant visible que pour l'étude microstructurale. L'ensemble de ces conclusions sont en accord avec ce qui peut ressortir de la littérature [Papula et al., 2019, Salvetr et al., 2022].

Si les différences de microstructures obtenues pour les différents échantillons fabriqués par procédé LP-DED et traités thermiquement n'apportent pas ici de différence dans le comportement mécanique, on verra qu'il en sera tout autre pour leur tenue à la corrosion par piqûration, étudiée dans le prochain chapitre.

Chapitre 3

Caractérisation de la tenue à la corrosion par piqûration et corrosion sous contrainte

3.1 Introduction

La corrosion peut être définie comme un phénomène amenant à "la destruction progressive des matériaux due à l'effet de l'environnement" [Béranger et al., 1987].

Le comportement d'un alliage métallique vis-à-vis de la corrosion est dépendant à la fois de ses propriétés intrinsèques, de son mode de fabrication et de l'environnement auquel il est confronté. Voici plus spécifiquement les paramètres pouvant influencer sur le comportement observé [Jaffré, 2021] :

- Les paramètres environnementaux : la température, le pH, le taux d'oxygène, la concentration en espèces agressives (comme les chlorures) ;
- La composition chimique de l'alliage ;
- La microstructure de l'alliage : présence ou non de phases intermétalliques (nitrures, phase sigma, etc...), l'orientation et la taille des grains (pouvant jouer sur le nombre de joints de grains et leur composition) ;
- Les contraintes résiduelles et l'état de surface de la pièce : brut de fabrication, après polissage et/ou autres modes de préparation.

Les aciers inoxydables font partie des alliages parmi les plus répandus, ayant de bonnes propriétés en corrosion. Ceci provient surtout de la présence d'un film protecteur, appelé film passif, qui joue le rôle de barrière contre les attaques électrochimiques de l'environnement. Étant donné que les aciers inoxydables duplex présentent de meilleures résistances à la corrosion que bon nombre d'autres aciers inoxydables (dont les aciers inoxydables austénitiques) [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012], il convient donc d'étudier si l'élaboration de l'un de ces aciers à savoir le SDSS 2507 par procédé de fabrication additive (ici le LP-DED) impacte ou non cette bonne tenue.

Pour revenir sur le terme de film passif, celui-ci apparaît lorsque l'environnement extérieur est contient suffisamment d'oxygène.

Dans le cas d'une immersion en milieu aqueux de l'acier inoxydable, le film passif se développe suite à l'oxydation des éléments réducteurs de l'alliage par des molécules d'eau, adsorbées en surface [Baroux, 2014]. Ces molécules d'eau se déprotonisent, amenant à la formation d'anions OH^- (hydroxydes) et O_2^- (oxydes), et entretenant l'électroneutralité au sein de cette région. Les ions métalliques Fe^{2+} , Fe^{3+} et Cr^{3+} , s'associent alors, par leur forte affinité avec l'oxygène, avec les ions OH^- et O_2^- pour former respectivement des hydroxydes et oxydes de fer ou chrome.

Ensuite, les déprotonations successives permettent l'évolution de la structure de film passif. Ce dernier se structure alors en bi-couches différenciées par leur taux d'hydratation [Fehlner, 1987] :

- La couche interne, en contact avec l'alliage, qui est essentiellement composée d'oxydes ($O - M - O$), où M représente le métal considéré ;

- La couche externe, au contact de l'électrolyte, qui par la présence de molécules d'eau liées à la surface est la plus hydratée. Elle se compose donc d'hydroxydes ($OH - M - OH$ et $H_2O - M - H_2O$).

Le film passif contient un taux important de défauts, ce qui lui permet une migration continue de O_2^- qui assurent l'entretien continue du film passif [Lin et al., 1981]. Les caractéristiques physico-chimiques des couches passives (composition, structure, épaisseur, ...) conditionnent leurs propriétés protectrices, et notamment leur capacité à résister à la corrosion. Il en ressort que la composition de la couche passive dépend à la fois du substrat métallique, des traitements de surface subis par le métal et du milieu dans lequel le matériau est immergé.

La croissance et la stabilité de la couche passive dépendent du potentiel entre le métal et l'électrolyte (milieu dans lequel il est immergé), générant un champ électrique à la surface. Il existe alors une compétition entre la passivation de l'acier inoxydable et la corrosion qui tend à contrer ce phénomène. Un schéma simplifié est donné sur la figure 3.1.

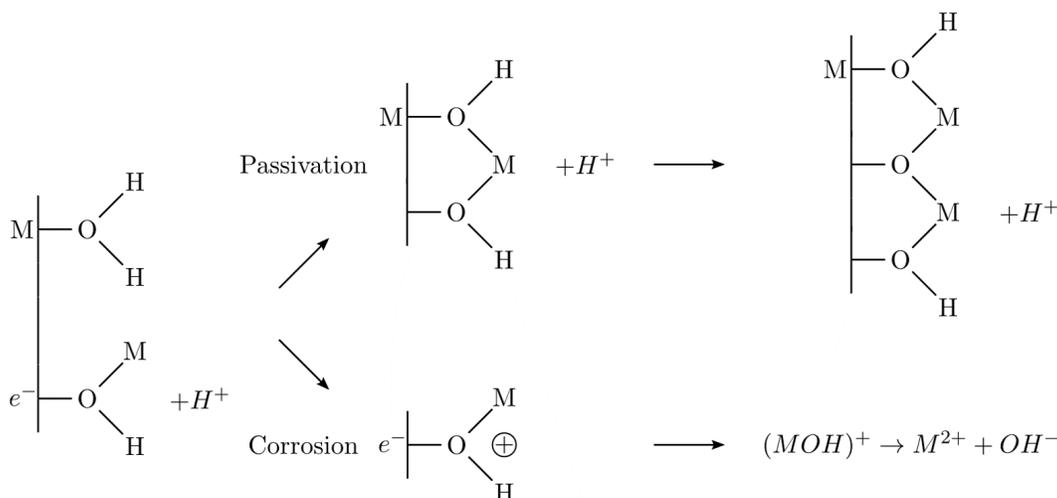


FIGURE 3.1 – Compétition entre corrosion et passivation en milieu aqueux, d'après [Baroux, 2014, Merot, 2021].

La corrosion peut se manifester sous différents mécanismes, en fonction du milieu et du métal attaqué. Parmi eux, il existe la corrosion généralisée ou la corrosion localisée, qui peut apparaître, par exemple, sous forme de piqûration (phénomène expliqué dans la section 3.3.1) ou encore de corrosion cavernueuse.

La corrosion dite uniforme est défini comme "progressant sur l'ensemble de la surface du métal exposé au milieu corrosif" (corrosion généralisée) et "progressant approximativement à la même vitesse sur l'ensemble de la surface" par la norme [ISO :8044, 2020]. Elle intervient lorsque deux processus électrochimiques se produisent simultanément, à savoir :

- une réaction anodique, réaction de dissolution (oxydation) du métal : $M \rightarrow M^{n+} + ne^-$;
- une réaction cathodique, réaction de réduction d'un oxydant du milieu qui peut prendre, en milieu aqueux, différentes formes en fonction notamment du pH et de l'aération ou non du milieu. Voici quelques exemples :
 - En milieu neutre ou basique, et aéré : $O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$,
 - En milieu acide et aéré : $O_2 + 4H^+ + 4e^- \rightarrow 2H_2O$,
 - En milieu neutre ou basique et désaéré : $2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + 2OH^-$,
 - En milieu acide et désaéré : $2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$.

La corrosion cavernueuse se développe, quant à elle, plutôt dans une zone confinée et pour un matériau initialement passif dans le milieu considéré. En effet, elle est dite liée "à la présence d'un interstice étroit ou d'un espace restreint existant entre la surface d'un métal et une autre surface" selon la norme [ISO :8044, 2020]. Dans cet espace confiné, appelé caverne, la composition du milieu évolue et ce dernier devient bien plus agressif dans cet interstice, alors même que le milieu dans sa globalité est initialement non agressif pour le matériau

La corrosion caverneuse se développe en trois étapes [Lacombe et al., 1990] :

- 1^{ère} phase : la phase d’incubation, pendant laquelle la surface du métal ne présente aucune forme de développement de corrosion ;
- 2^{ème} phase : la phase d’amorçage, représentée par la rupture locale du film passif dans un interstice à la surface du métal ;
- 3^{ème} phase : la phase de propagation, qui comme son nom l’indique identifie le temps où la corrosion se propage dans cet interstice. La vitesse de propagation dépend de plusieurs facteurs, dont la composition chimique de l’environnement à l’intérieur de la caverne (qui évolue perpétuellement), les produits de corrosion formés, et la capacité du métal à se repassiver ou à se dissoudre.

Le développement de la corrosion caverneuse comporte des similarités avec celui de la corrosion par piqûre au niveau des mécanismes de propagation. Cependant, ces deux modes de corrosion diffèrent en termes de mécanismes d’amorçage (cf. section 3.3.1). Il existe d’ailleurs différents modèles pour expliquer la phase d’amorçage de la corrosion caverneuse : le modèle de la dissolution passive [Oldfield and Sutton, 1978a, Oldfield and Sutton, 1978b, Joly-Marcelin, 2012], de la chute ohmique [Pickering and Frankenthal, 1972, Pickering, 1989], ou encore de la piqûre métastable [Stockert and Böhni, 1989], qui ne seront pas abordés plus en détails dans ce manuscrit.

Le phénomène de corrosion peut être couplé à une sollicitation mécanique. Pour les matériaux passifs, une telle sollicitation peut entraîner une rupture du film passif [Merot, 2021]. La corrosion sous contrainte ainsi que la fatigue-corrosion sont deux des couplages régulièrement cités dans les études de couplage corrosion-mécanique [Tsai and Chen, 2000, Ebara, 2007, El May et al., 2013]. Ces derniers seront expliqués plus en détails dans la section 3.4.1.

Le but dans cette étude est de comprendre quel peut être l’impact de la microstructure sur les propriétés en corrosion de l’acier inoxydable super duplex 2507. Pour l’atteindre, la suite de ce chapitre se décompose en quatre parties. Tout d’abord, les conditions et le matériel utilisés pour l’ensemble des essais sont décrits. Ensuite, les essais de corrosion par piqûration sont abordés, avec une explication du phénomène, un état de l’art, et une discussion sur le protocole expérimental employé, suivis des résultats obtenus et de leur analyse. Une ouverture sur la tenue à la corrosion sous contrainte est enfin réalisée, en suivant un format similaire à celle de la section dédiée à la corrosion par piqûre, avant de conclure ce chapitre.

3.2 Méthodes expérimentales

Dans cette partie vont être présentés les différents milieux d’études dans lesquels les essais ont été réalisés ainsi que la machine multi-potentiostat utilisée pour récupérer les données des essais et imposer un potentiel d’étude. Les méthodologies utilisées, autant d’un point de vue de l’élaboration des échantillons que du protocole, pour les essais mettant à l’épreuve la tenue à la corrosion par piqûration et à la corrosion sous contrainte des matériaux étudiés sont respectivement décrites dans les parties 3.3.3 et 3.4.3.

3.2.1 Milieux d’étude utilisés

Dans le cadre de la caractérisation du comportement électrochimique et du couplage mécano-électrochimique de l’acier 2507 en milieu NaCl, les paramètres expérimentaux sont les suivants :

- Concentration de NaCl : $58,44 \pm 0,01$ g/L, équivalent à 1 mol/L ;
- pH : 6,5 (proche de la neutralité) ;
- Températures : ambiante ($20 \pm 2^\circ\text{C}$) et $90 \pm 2^\circ\text{C}$.

À titre de comparaison, la salinité de l’eau de mer/océan est comprise entre 30 et 40 g/L en fonction des régions du globe, soit entre 0,51 et 0,68 mol/L. La concentration en NaCl dans les milieux d’étude est donc entre 1,4 et 2 fois supérieure à ce que l’on peut retrouver dans les eaux terrestres.

Pour réaliser la solution concentrée en NaCl, de l’eau déminéralisée est utilisée, dans laquelle va être dilué la masse nécessaire de sel afin d’obtenir la concentration souhaitée.

Selon la littérature, la température critique de piqûration de l’acier inoxydable superduplex SAF2507 est d’environ 80°C [Tomaselli et al., 2011, Osta, 2013]. Le choix de faire une première batterie d’essais à température ambiante a pour but de mettre en évidence d’éventuelles défaillances sur les matériaux imprimés (LP-DED brut de fabrication ou traités thermiquement). Quant aux essais à 90°C , ils ont vocation à provoquer la création des piqûres sur l’ensemble des matériaux testés.

3.2.2 Machine multi-potentiostat

Les mesures électrochimiques mettent en œuvre un montage dit "à trois électrodes", comme présenté sur la figure 3.2(a), et un potentiostat/galvanostat. Les trois électrodes présentes pour cet essai sont :

- une électrode de travail (WE – Working Electrode) qui n'est autre que l'échantillon à étudier (voir sections 3.3.3 et 3.4.3) ;
- une contre-électrode (CE – Counter Electrode) ou électrode auxiliaire. En laboratoire, il s'agit généralement d'une électrode en métal inerte comme le platine ce qui est le cas pour les essais dans ce travail, sous forme d'une grille de 50x50 mm² ;
- une électrode de référence (RE – Reference Electrode) : il s'agit d'une électrode non polarisable. L'électrode adoptée comme référence pour exprimer les potentiels des électrodes, par la convention internationale [ASTM :G215-17, 2017], est l'Électrode Normale à Hydrogène (ENH). Son potentiel est donc choisi comme étant égal à 0 volts. En pratique, d'autres types d'électrodes de référence plus faciles à utiliser existent, comme l'électrode au calomel saturé, au chlorure d'argent ou bien au sulfate saturé. Pour cette étude, l'électrode de référence utilisée est une Électrode au Calomel Saturé (ECS).

La tension du système immergé dans la solution est mesurée entre l'électrode de travail (l'échantillon testé) et celle de référence tandis que le courant traversant est mesuré entre la contre-électrode de platine et l'électrode de travail (certains utilisent le lien entre la masse et l'électrode de travail, ce qui n'est pas le cas ici).

Le multi-potentiostat utilisé est un modèle Origaflex de Origalys à quatre voies, c'est-à-dire avec quatre montages "à trois électrodes" utilisables en parallèle (voir figure 3.2(b)). Les logiciels Origamaster et Origaviewer ont été utilisés respectivement pour créer les consignes/méthodes d'essai, et pour lancer l'essai, observer en temps réel et récupérer les données de l'essai effectué.

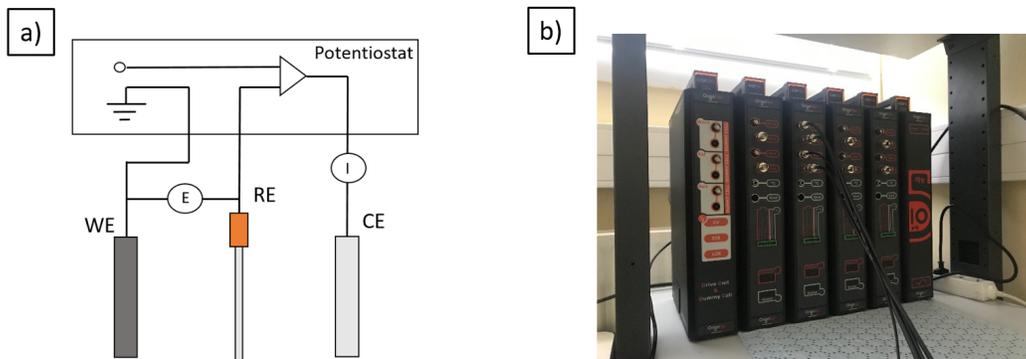


FIGURE 3.2 – (a) Schéma du montage électrochimique à trois électrode et (b) Multi-potentiostat Origaflex.

3.2.3 Observations des échantillons par microscopie

Les observations microstructurales ont été effectuées de la même façon qu'explicité section 2.3.6, c'est-à-dire avec un MEB JEOL JSM-IT300LV, une distance de travail comprise entre 13 à 17 mm, disposant d'une sonde EBSD Oxford à une tension d'accélération de 20 kV (acquisition avec un pas de 0,25 μm).

La composition chimique des phases ferritiques et austénitiques des échantillons a également été analysée en parallèle à l'aide d'un détecteur de spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS, Oxford). Afin d'exploiter les données EDS pour définir les tendances de la composition chimique en fonction des phases et des traitements thermiques appliqués, un post-traitement des données via un programme Python a été réalisé.

Les observations optiques des échantillons corrodés ont été réalisées à l'aide d'un microscope Keyence VHX-5000.

3.3 Corrosion par piqûration

3.3.1 Préambule

La corrosion par piqûre est un des phénomènes de corrosion, qui peut intervenir uniquement pour les matériaux passivables. Ce phénomène est majoritairement lié à la détérioration de la couche protectrice d'oxydes par des ions agressifs du milieu environnant tels que les ions chlorures. Contrairement à la corrosion

caverneuse, lorsque la corrosion localisée est amorcée, les phénomènes de surface perdent leur homogénéité et il s'établit alors un couplage électrochimique entre les surfaces libres et les zones confinées au sein desquelles la composition chimique du milieu est fortement modifiée.

Le processus de développement d'une piqûre se déroule en plusieurs étapes, qui pour certaines sont semblables à la corrosion caverneuse [Soltis, 2015, Akpanyung and Loto, 2019] :

- La nucléation/l'amorçage du site qui débute par la rupture locale du film et peut être expliquée par un modèle connu sous le nom de Point Defect Model développé par Macdonald [Macdonald, 1992] ;
- La formation de piqûres métastables (arrêt) ;
- La propagation stable des piqûres.

Le mécanisme de corrosion en présence d'ions chlorures est schématiquement représenté en figure 3.3. Les sites actifs deviennent anodiques (dissolution du fer) par rapport au reste de la surface (réduction de l'oxygène dissout) [Bertolini et al., 2004]. Le maintien de l'électroneutralité est assuré par la migration vers l'intérieur de la piqûre des anions présents dans le milieu extérieur, ici les chlorures. Si la concentration en cations métalliques (Fe^{2+}) est localement suffisamment élevée, alors elle peut entraîner la précipitation des produits de corrosion qui participent à l'occlusion du site de corrosion. L'acidification de la zone confinée par l'hydrolyse des cations métalliques ($M^{n+} + nH_2O \rightarrow M(OH)_n + nH^+$) favorise la propagation des attaques [Newman, 2010].

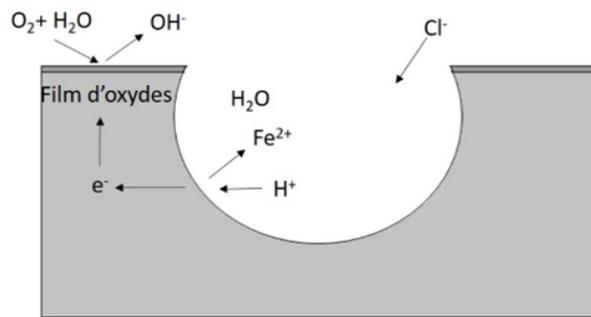


FIGURE 3.3 – Représentation schématique de la corrosion "par piqûre" en présence d'ions chlorures, inspirée de [Bertolini et al., 2004].

La corrosion par piqûres peut produire plusieurs types de piqûres, comme représentées sur la figure 3.4. Les formes les plus répandues peuvent-être séparées en deux groupes : les piqûres "creuses" (en haut sur la figure 3.4) et les piqûres "latérales" (en bas sur la figure 3.4).

Dans le premier groupe, le "creux" formé peut être plutôt lisse comme les cas "shallow, wide" et "elliptical" de la figure 3.4, ou irrégulier. Le second groupe représente les piqûres dont on ne verrait pas toute l'ampleur depuis la surface extérieure. Dans certains cas, la forme de la piqûre peut être impactée par la microstructure du métal, notamment pour certaines microstructures fines, pluri-échelles ou pluriphasiques. Il est alors observé des cavités nommées "vertical grain attack" ou "horizontal grain attack" comme illustre la figure 3.4.

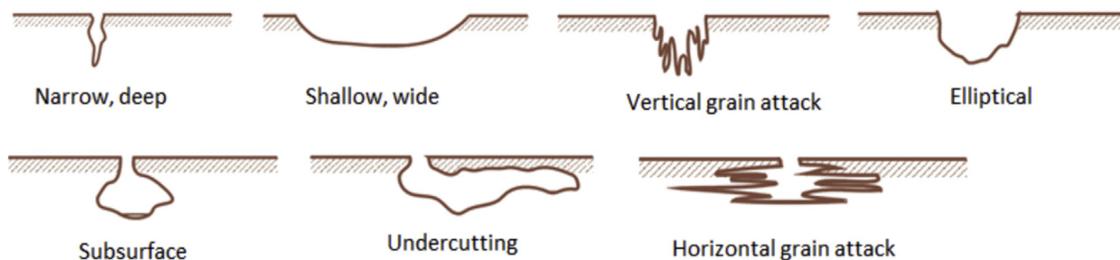


FIGURE 3.4 – Allures des différents types de piqûres selon [Bhandari et al., 2015, Akpanyung and Loto, 2019].

Pour les aciers inoxydables, la résistance à la corrosion par piqûre dépend principalement de la teneur en chrome, en molybdène et en azote [Charles, 2008, Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012, Rajesh Kannan et al., 2020, Francis and Byrne, 2021]. À la fin des années 1960, certaines relations ont été suggérées pour

relier la résistance à la piqûre aux teneurs de ces trois éléments mentionnés ci-dessus. L'indice toujours utilisé aujourd'hui, dérivé de ces relations, est le PREN ("Pitting Resistance Equivalent Number"), qui est un "indice équivalent de résistance à la corrosion par piqûre". Il est défini de la façon suivante : $PREN = \%Cr + 3,3 \times \%Mo + (16 \text{ à } 30) \times \%N$ [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012, Garfias-Mesias et al., 1996, Tan et al., 2009]. Plus ce dernier est élevé, plus les capacités de l'acier inoxydable vis-à-vis de la tenue à la corrosion par piqûration sont présumées bonnes.

Certains aciers inoxydables ne sont pas censés être sujets à la corrosion par piqûre à température ambiante. Il est alors nécessaire de réaliser des essais à température plus élevée pour voir ce phénomène apparaître. La température à partir de laquelle ce phénomène apparaît est dénommée "Critical Pitting Temperature" (CPT) en anglais et est utile à améliorer les connaissances au sujet de la corrosion par piqûration de certains matériaux très résistants. Pour déterminer le CPT, la température critique à laquelle des piqûres stables apparaissent sur le matériau initialement passif, il existe différentes normes dont la démarche globale reste la même. Celles-ci commencent par l'immersion de l'échantillon test dans une solution, avec parfois l'ajout d'un potentiel imposé, puis la température de la solution est augmentée lentement jusqu'à ce qu'un seuil de courant soit atteint. La température critique est alors identifiée comme la température à partir de laquelle démarre l'augmentation "finale" du courant. Un exemple de résultats est donné figure 3.5(a).

3.3.2 Bibliographie

Les aciers inoxydables duplex remplacent peu à peu les aciers inoxydables austénitiques pour des applications en environnement sévère.

À l'origine, les aciers inoxydables duplex conçus avaient une faible teneur en azote ($\leq 0,1\%$) et une teneur en chrome modérée (environ 22%), ce qui leur conférait une valeur PREN comprise entre 33 et 36, à peine plus élevée que celle des aciers inoxydables austénitiques (autour 20-30 suivant la nuance). Avec le besoin croissant de durées d'exposition plus longues dans des environnements chlorurés, tels que l'eau de mer, une résistance accrue à la piqûration était nécessaire [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012]. Les aciers inoxydables super duplex (SDSS) remplissent mieux ce rôle que leurs prédécesseurs avec une teneur en azote comprise entre 0,2 et 0,35%. L'ajout d'azote a permis à la fois de stabiliser leur microstructure biphasée à haute température et d'améliorer les propriétés de résistance à la corrosion localisée [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012]. Ce résultat a été obtenu grâce à une augmentation parallèle de la teneur en chrome et en molybdène, qui a permis de la maintenir en dessous de la limite de solubilité de l'azote dans l'acier. Les aciers inoxydables super duplex contiennent donc au moins 24,5 à 25% de chrome et plus de 3% de molybdène [Zhang et al., 2022]. Ils atteignent alors des valeurs PREN supérieures à 40.

Ces modifications de composition chimique entraînent des variations dans la proportion ferrite/austénite des aciers duplex, même si des rectifications a posteriori sont possibles, notamment avec des traitements thermiques. En effet, ces derniers peuvent influencer à la fois sur la proportion des phases mais aussi sur la taille moyenne des grains [Garfias-Mesias et al., 1996, Han et al., 2011].

Selon [Weber and Uggowitzer, 1998], le comportement en corrosion par piqûre est caractérisé par la résistance à la piqûre de la phase la plus faible pour un acier inoxydable duplex et super duplex. En outre, des différences de composition chimique ont régulièrement été observées entre les phases ferritiques et austénitiques, et les traitements thermiques peuvent influencer cette répartition. En effet, d'après les travaux de [Tan et al., 2009], la composition chimique, et donc le PREN, de chacune de phases peut varier avec l'application de différentes températures de maintien sur l'acier inoxydable super duplex UNS 32750, équivalent du 2507 (figure 3.5(b)). Ils ont mis en évidence l'effet de la microstructure, notamment l'effet du rapport ferrite/austénite et de la composition chimique, sur l'évolution de la température critique de piqûration (ou CPT). Les auteurs montrent que le CPT augmente avec le traitement thermique jusqu'à 1080°C avant de diminuer à nouveau.

[Naghizadeh and Moayed, 2015] et [Jiang et al., 2013] ont réalisé des études similaires sur les aciers 2205 et S32304 respectivement, avec un constat semblable. D'autre part, [Zhang et al., 2009] et [Guo et al., 2014] ont montré que la phase ferritique restait la phase la plus faible en termes de résistance à la corrosion par piqûres pour des aciers inoxydables duplex "faiblement" alliés ("Lean Duplex Stainless Steel" en anglais). Les auteurs ont appliqué plusieurs traitements thermiques et ont montré que l'augmentation de la température du traitement thermique (pour des températures supérieures à 1000°C), amenant à une augmentation de la proportion de ferrite dans ces aciers, engendrait une diminution du potentiel de piqûration (figures 3.6(a) et (b)). La même tendance a été observée pour la valeur PREN de la phase ferritique, tandis que la valeur PREN de la phase austénitique augmentait avec l'augmentation de la température du traitement thermique. En

outre, les auteurs ont encore observé l'apparition de piqûres dans la phase ferritique quel que soit le traitement thermique appliqué (figures 3.7(a), (b) et (c)).

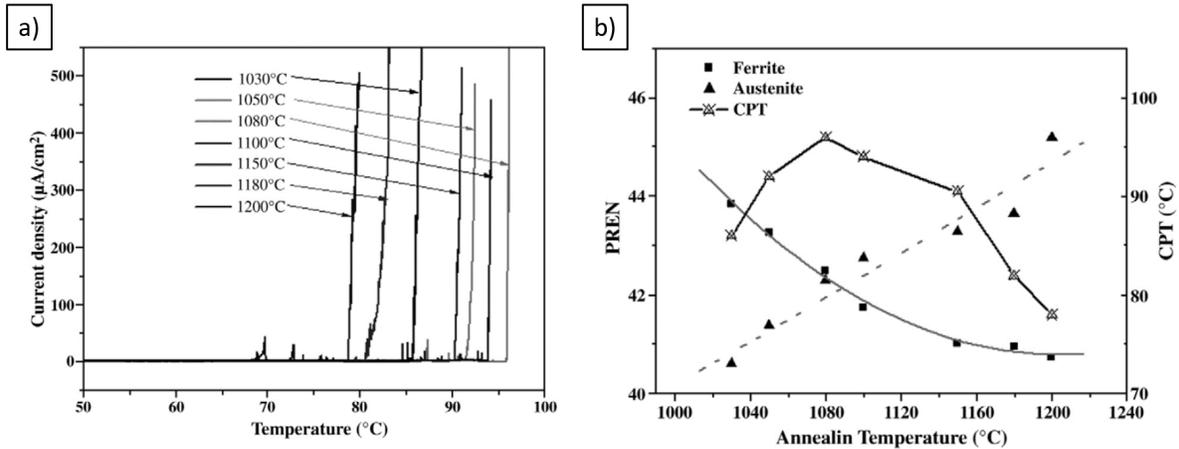


FIGURE 3.5 – (a) Courbes d’essais de détermination du CPT pour chaque traitement thermique testé sur l’acier UNS S32750 dans une solution 1M NaCl et (b) PREN pour chacune des phases et CPT en fonction de la température de maintien du traitement thermique sur ce même acier [Tan et al., 2009].

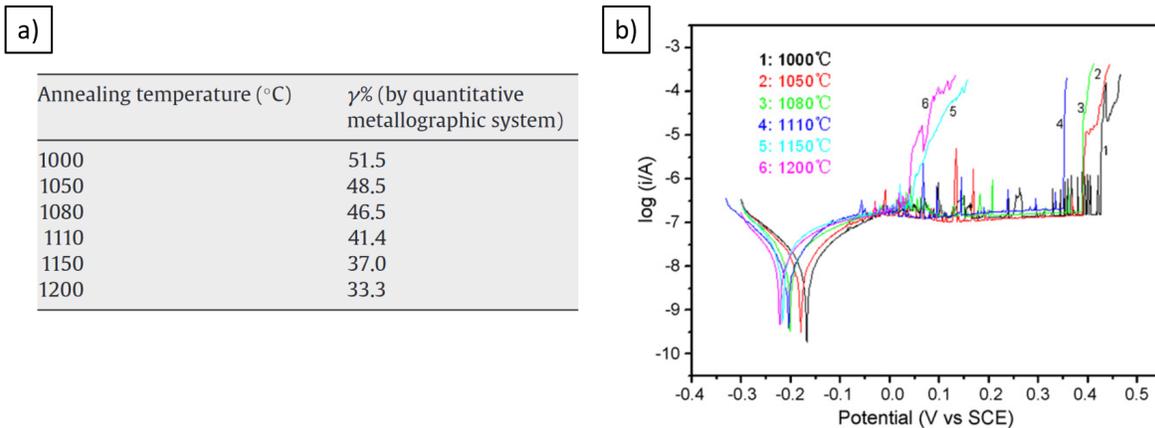


FIGURE 3.6 – (a) Tableau contenant la proportion d’austénite en fonction de la température de traitement thermique pour l’acier inoxydable duplex 2101 et (b) Courbes de polarisation pour chacun des traitements thermiques effectués sur ce même acier dans une solution 1M NaCl [Zhang et al., 2009].

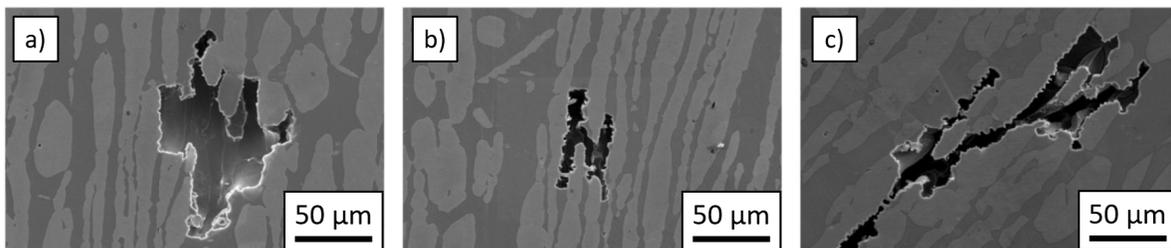


FIGURE 3.7 – Images MEB (ferrite en sombre, austénite en clair) des piqûres formées dans la ferrite sur les échantillons d’un acier inoxydable ”lean” duplex (20,5%Cr, 2,1%Ni) traités thermiquement pendant 30 minutes à (a) 1000 °C, (b) 1050 °C et (c) 1150 °C [Guo et al., 2014].

Du côté de la fabrication additive, les aciers duplex sont de plus en plus étudiés. La première des difficultés est de connaître les proportions finales du matériau en chacun des éléments d'alliages, surtout pour un acier tel que les aciers inoxydables duplex car très fortement alliés.

Durant la fabrication, des études ont été menées sur l'évaporation, ou en tout cas la variation de composition chimique du matériau final par rapport à la matière première. [Valiente Bermejo et al., 2021] montrent qu'en fonction du gaz de protection utilisé (argon ou diazote dans cette étude), de la pièce fabriquée (cordon, mur ou bloc) et de la localisation dans la pièce, les taux d'oxygène et d'azote peuvent varier. Avec un acier inoxydable duplex 2205 (teneur en azote de 0,16%) imprimé par procédé WLAM, la teneur finale en azote varie entre 0,1 et 0,14% dans une atmosphère de travail sous argon et entre 0,2 et 0,26% sous diazote. Ces variations sont d'autant plus importantes lorsque la comparaison des PREN est faite (cf. formule dans la section 3.3.1). Dans le cadre de cet article, le PREN varie entre 37 et 42 pour une même matière initiale, ce qui montre une influence importante du cadre de fabrication du matériau final. Dans [Murkute et al., 2020], l'acier inoxydable super duplex 2507 imprimé par procédé L-PBF montre aussi une grande différence de teneur, notamment en chrome en passant de 25% à 12% proche du substrat.

Cela implique que le PREN et indirectement la résistance en corrosion du matériau imprimé peuvent être grandement impactés par les procédés de fabrication additive. L'importance du rôle de la redistribution des éléments d'alliage sur la microstructure et les propriétés en corrosion avait déjà été mise en évidence dans le cas du soudage notamment [Zhang et al., 2017]. Cependant cette redistribution, dans le cadre des procédés de fabrication additive, ne semble pas donner spécialement de moins bonnes propriétés en corrosion, alors même que la microstructure varie énormément sur les aciers inoxydables super duplex [Jiang et al., 2020, Nigon et al., 2020].

Le second point à souligner est que la taille de grains évolue différemment après les procédés de fabrication additive par rapport aux procédés plus conventionnels, ainsi que la proportion ferrite/austénite dans les aciers inoxydables duplex. Les conclusions ne sont pas toutes les mêmes concernant ce point. Certains articles montrent qu'une diminution de la taille moyenne des grains entraîne une diminution de la résistance à la corrosion [Soleimani et al., 2020]. L'explication avancée est que les joints de grains occupent une place plus importante alors qu'ils sont considérés comme des zones plus sensibles. Néanmoins, cette étude est menée sur un acier faiblement allié, et donne un seuil de 22 μm de taille de grain en-dessous de laquelle les propriétés n'évoluent plus. À l'opposée, d'autres études [Ma et al., 2020, Zhang et al., 2021b] montrent une amélioration significative de la tenue à la corrosion par piqûration grâce au développement d'une microstructure plus fine.

Le nombre d'études portées sur la corrosion par piqûration des aciers inoxydables duplex est très disparate en fonction du procédé de fabrication additive questionné. Les études axées sur le procédé L-PBF sont très répandues. Sur l'acier inoxydable duplex 2205, [Papula et al., 2019] met en évidence que le brut de fabrication propose une résistance moindre à la corrosion par piqûration comparativement au matériau laminé, mais qu'un traitement thermique permet de l'améliorer, malgré une densité de courant de passivation plus élevée (figure 3.8(a)). La direction d'impression comme facteur influant sur la résistance à la corrosion par piqûration a aussi été étudiée, mais les résultats ne montrent pas de différences évidentes en modifiant ce paramètre [Nigon et al., 2020].

Les études ne sont pas en reste non plus sur les aciers inoxydables super duplex. Dans [Murkute et al., 2020], une étude sur la tenue de l'acier 2507 produit sur un substrat en acier bas carbone est effectuée. L'intérêt ciblée de cet article est de montrer si la vitesse de lasage amène une modification de la tenue à la corrosion par piqûration (figure 3.8(b)). D'après les résultats figure 3.8(b) la vitesse de lasage joue effectivement un rôle dans la tenue à la corrosion par piqûration, avec notamment un palier de vitesse (800 mm/s) à partir duquel il n'existe pas de création de piqûres stables en-dessous de 0,6 V/ECS. Les raisons hypothétiques formulées pour expliquer ces différences de comportement sont soit la rugosité de la matière, qui varie avec la vitesse de lasage, soit la microstructure qui elle aussi est modifiée avec la variation de ce paramètre d'impression.

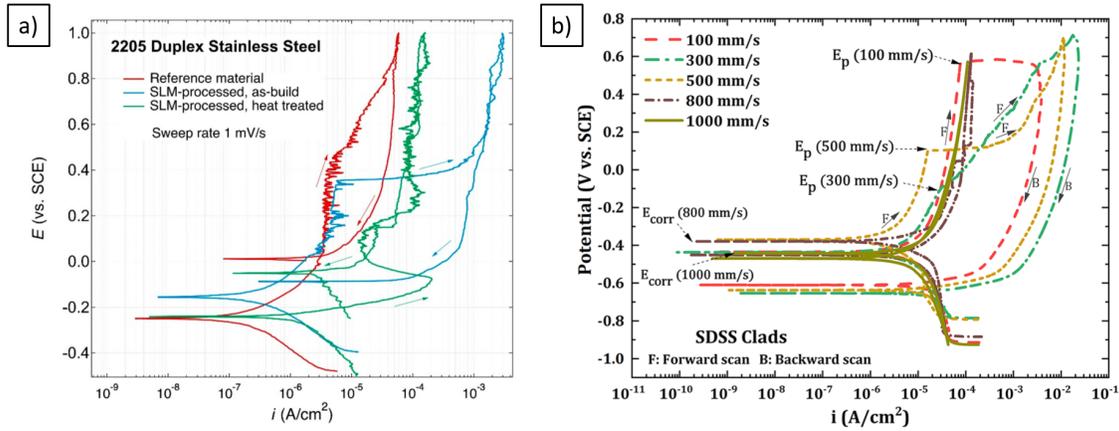


FIGURE 3.8 – Courbes de polarisation (a) de l’acier inoxydable duplex 2205 laminé (référence) et produit par procédé L-PBF (traité thermiquement ou pas) dans une solution 0,6M NaCl [Papula et al., 2019] et (b) de l’acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé L-PBF en fonction de la vitesse de lasage dans une solution 0,6M NaCl [Murkute et al., 2020].

Un bon nombre d’études sont aussi menées sur le procédé WAAM [Rajesh Kannan et al., 2020, Zhang et al., 2021b]. L’article [Zhang et al., 2021b] montre entre autres que le ratio ferrite/austénite, la présence d’austénite de Widmanstätten et la texture de l’austénite sont des facteurs pouvant amener à des variations de comportements, en comparant un acier duplex 2209 brut de fabrication par procédé WAAM et traité thermiquement de différentes façons. [Rajesh Kannan et al., 2020] se concentre sur l’acier inoxydable super duplex ER2594 brut de fabrication et observe qu’en fonction de la hauteur d’impression à laquelle l’échantillon est prélevé, la tenue à la corrosion par piqûration peut varier et que l’austénite de Widmanstätten serait plus néfaste que l’austénite présente aux joints de grains.

Du côté du procédé LP-DED, les études sur les aciers inoxydables duplex restent cependant très limitées. Elles restent principalement concentrées autour des cordons ou murs fins (composés d’un seul cordon dans l’épaisseur), avec une tenue à la corrosion par piqûration observée proche de celle des procédés conventionnels et pouvant être un bon candidat pour protéger des structures en acier faiblement allié [Wang et al., 2019, Wen et al., 2020].

Dans la suite de la partie, le protocole expérimental employé et les résultats des essais de corrosion par piqûration sont donnés. La tenue à la corrosion par piqûration est étudiée pour l’ensemble des configurations matériau ”procédé - traitement thermique” évoquées chapitre 2.

3.3.3 Méthode expérimentale des essais de corrosion/passivation et corrosion par piqûre par polarisation des échantillons en milieu NaCl

Échantillons :

Les échantillons forgés et LP-DED utilisés pour l’analyse de la corrosion par piqûration sont des cubes de $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ (le même type d’échantillon est utilisé pour l’analyse microstructurale). La surface étudiée est la section transversale qui est orthogonale à la direction de forgeage pour le matériau forgé, et orthogonale à la direction de fabrication pour les échantillons LP-DED, comme illustré en rouge dans la figure 2.8.

Pour la caractérisation microstructurale, les échantillons ont été enrobés à chaud d’une résine conductrice. Ils ont été polis selon la démarche suivante :

- Prépolissage : papier SiC #320 pendant 2 minutes à 150 tours/min ;
- Polissage : papiers SiC #800 et #2400 pendant 5 minutes à 150 tours/min pour chacun ;
- Polissage fin : tapis à pâte diamantée $3 \mu\text{m}$ (5 min - 150 tours/min) et $1/4 \mu\text{m}$ (10 min - 150 tours/min) ;
- Finition à l’OPS (Oxyde Particle Suspension) pendant 2 min à 150 tours/min.

Les échantillons utilisés pour les tests électrochimiques ont été enrobés à froid d’une résine époxy non conductrice, puis polis comme précédemment indiqué pour l’analyse microstructurale, sans la finition à l’OPS. Un fil conducteur est ensuite soudé à l’échantillon pour permettre la connexion au potentiostat, puis une gaine thermorétractable et une couche de vernis sont ajoutés pour assurer l’étanchéité au niveau du passage

du fil. Un film de scotch est utilisé pour assurer l'étanchéité de l'échantillon et éviter la corrosion caverneuse à l'interface entre l'échantillon et l'enrobage (figures 3.9(a) et 3.9(b)). Les échantillons sont ensuite laissés pendant 24 heures à l'air libre avant les essais.

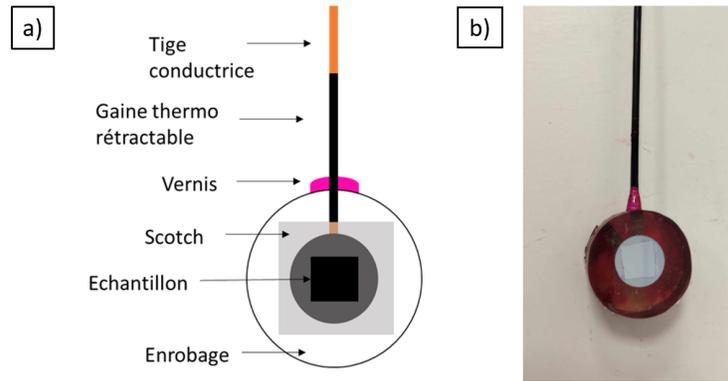


FIGURE 3.9 – (a) Schéma et (b) photographie d'un échantillon utilisé pour les essais de corrosion par piqûration.

Protocole et mise en place de l'essai :

La potentiométrie ou mesure du potentiel en circuit ouvert (OCP - Open Circuit Potential technique) est une méthode qui consiste à suivre l'évolution dans le temps du potentiel de corrosion ou d'abandon d'un métal dans un milieu donné. Le suivi du potentiel d'abandon ou potentiel de corrosion E_{corr} permet notamment d'obtenir des informations globales sur le comportement en corrosion d'un métal plongé dans une solution (actif, passif, pseudo-passif, etc. . .). Pour les matériaux dit passifs, l'immersion dans la solution d'étude sans imposer de potentiel permet la stabilisation du film protecteur dans ce milieu.

Les échantillons donc ont été immergés 1 heure dans la solution avant la polarisation afin de permettre la stabilisation de leur couche passive. Dans le cas des essais à 90°C, le b cher avec la solution est plac  sur une plaque chauffante, et l' chantillon n'est alors immerg  que lorsque la temp rature cible est atteinte. La cellule exp rimentale  tant compos e d'une  lectrode au calomel satur  (ECS) comme  lectrode de r f rence, une extension en verre est ajout e   l' lectrode pour ne pas l'endommager. En effet, d'apr s le fabricant, des risques de d r glement de l' lectrode sont possibles si celle-ci est directement en contact avec une solution   1M de NaCl   90°C. Pour  viter toute modification issue du montage exp rimental, l'extension en verre est utilis e pour tous les essais (  temp rature ambiante comme   90°C).

Une fois l'immersion d'une heure r alis e, et le potentiel d'abandon (ou de corrosion dans ce cas) E_{corr} d termin  (potentiel stabilis    la fin de la premi re heure d'immersion), l'essai de polarisation commence. Il est effectu    une vitesse de 0,125 mV/s   partir d'un potentiel  gal   $E_{corr}-250$ mV/ECS. La fin de l'essai est atteint si l'une des deux limites suivantes est franchie :

- $I = 1$ mA/cm² ;
- $U = 1400$ mV/ECS.

Pour garantir la reproductibilit  des r sultats, les donn es  lectrochimiques de chaque mat riau ont  t  obtenues   partir d'au moins trois exp riences distinctes.

3.3.4 Mesure des potentiels d'abandon

Les  chantillons ont  t  laiss s   l'air libre durant 24 heures puis immerg s en solution d'essai   l'abandon durant une heure (comme expliqu  pr c demment section 3.3.3). Ces  tapes permettent une formation   l'air du film passif puis une stabilisation de l'interface mat riau/milieu avant l'acquisition des mesures.

La figure 3.10 pr sente les suivis des potentiels d'abandon de certains  chantillons avant polarisation. Tous les suivis n'ont pas  t  positionn s sur la figure 3.10 pour des raisons de lisibilit , cependant les allures montr es sur ce graphique sont les m mes pour tous les  chantillons test s. Pour l'ensemble des essais, le potentiel d'abandon fluctue de fa on plus ou moins importante pendant une trentaine minutes maximum puis

se stabilise. La phase de fluctuation est caractéristique de la stabilisation de la couche passive dans le milieu. On notera que le potentiel de corrosion des échantillons est légèrement plus faible dans la solution à 90°C que dans la solution à température ambiante. Les potentiels de corrosion sont compris entre -100 mV/ECS et -150 mV/ECS à température ambiante et entre -150mV/ECS et -200mV/ECS à 90°C.

Le fait que le potentiel d'abandon de l'échantillon soit stable depuis plusieurs dizaines de minutes avant la fin de la phase d'abandon dans la solution, permet de bien connaître son potentiel de corrosion et donc de réaliser correctement l'essai de corrosion par piqûre qui s'en suit (en démarrant bien l'essai à un potentiel inférieur au potentiel de corrosion).

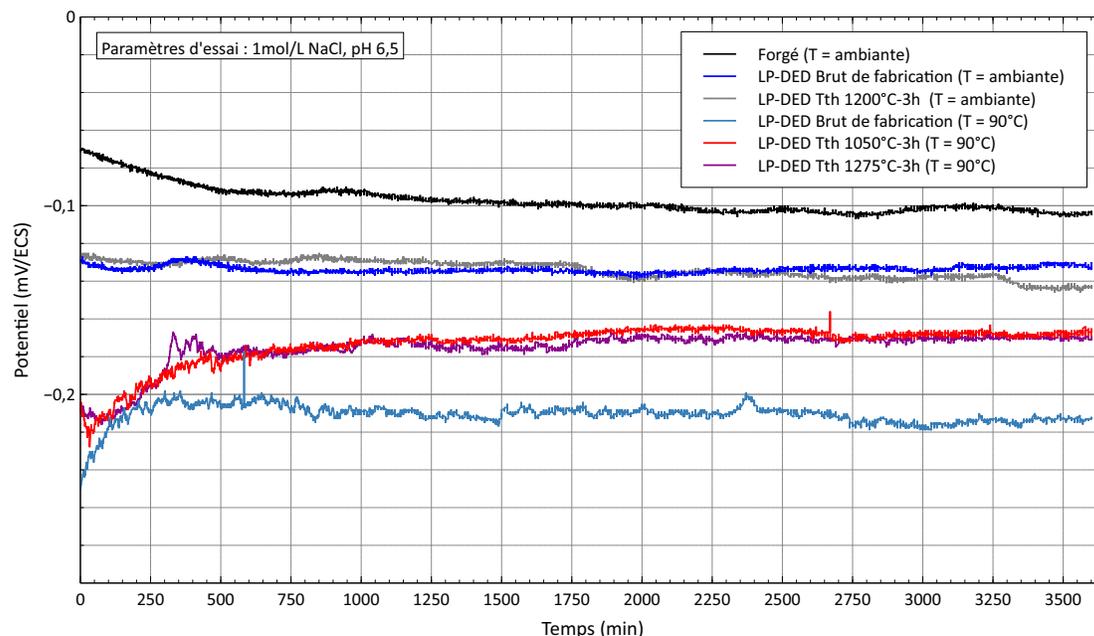


FIGURE 3.10 – Suivi des potentiels d'abandon de certains échantillons d'aciers duplex 2507 produits par procédé de forgeage ou LP-DED, brut de fabrication ou après différents traitements thermiques, dans la solution à 1M NaCl à température ambiante ($T = \text{ambiante}$) et à 90°C ($T = 90^\circ\text{C}$).

3.3.5 Courbes de polarisation des échantillons à température ambiante

La figure 3.11 présente les courbes de polarisation des échantillons d'aciers inoxydables super duplex 2507 forgés et produits par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement, immergées dans une solution à 1 M NaCl à température ambiante (20°C). Le matériau forgé présente une plage passive entre le potentiel de corrosion E_{corr} et la région de transpassivation commençant autour de 1000 mV/ECS, comme cela est couramment observé dans la littérature [Cui et al., 2019].

Le matériau LP-DED brut de fabrication présente un comportement similaire avec une légère augmentation de la densité de courant à environ 800 mV/ECS, à peine visible sur la figure 3.11.

Quant aux échantillons LP-DED traités thermiquement, ils ont un comportement en corrosion identique au matériau forgé. Ce point souligne le fait qu'il n'y a pas d'influence de la température de maintien du traitement thermique sur le comportement à la corrosion de ce matériau produit par LP-DED dans ces conditions expérimentales (20°C, 1M NaCl, pH 6,5).

Au cours de la phase de transpassivation-dissolution, les échantillons LP-DED brut de fabrication présentent des traces de lasage, comme le montre la figure 3.12(a). Cette forme de corrosion peut être due à un couplage galvanique entre les deux microstructures initialement présentes (cf. partie 2.5) : ferrite avec de l'austénite aux joints de grains dans les parties non refondues et ferrite avec de l'austénite aux joints de grains et répartie en îlots à l'intérieur des grains ferritiques pour les parties refondues du matériau brut [Örnek and Engelberg, 2015].

Ces types de marques ne sont pas visibles sur les échantillons LP-DED traités thermiquement (figure 3.12(b)). Cela montre que le traitement thermique efface bel et bien l'impact du procédé sur sa réaction spécifique dans la région de transpassivation.

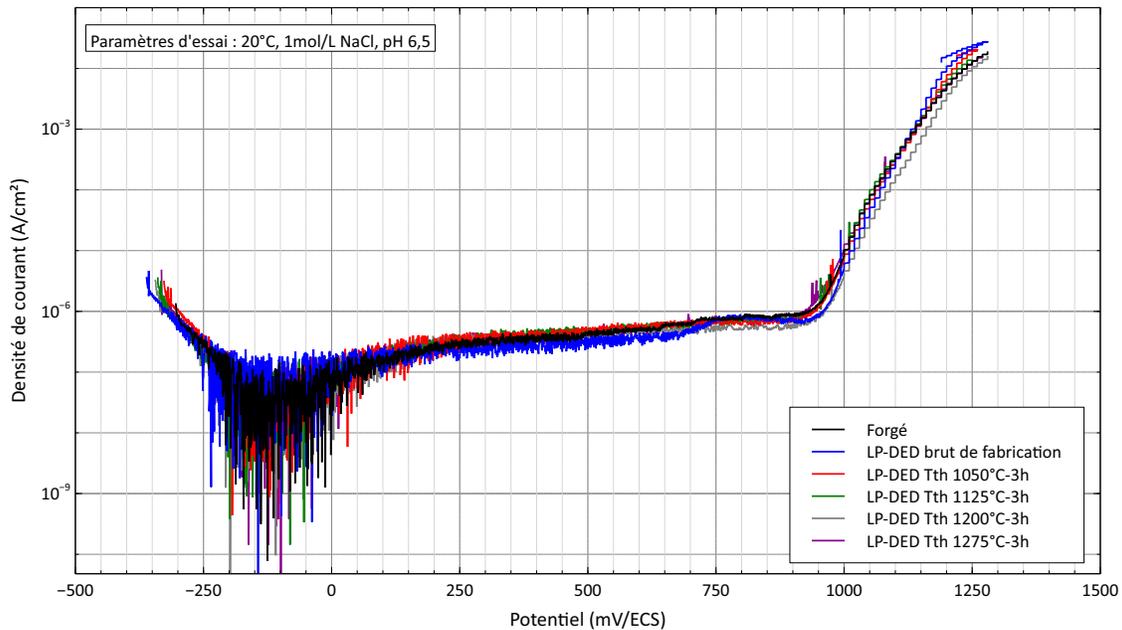


FIGURE 3.11 – Courbes de polarisation de l’acier inoxydable super duplex 2507 forgé et produit par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après différents traitements thermiques, effectuées dans une solution à 1 M NaCl à température ambiante (20°C) et pH 6,5.

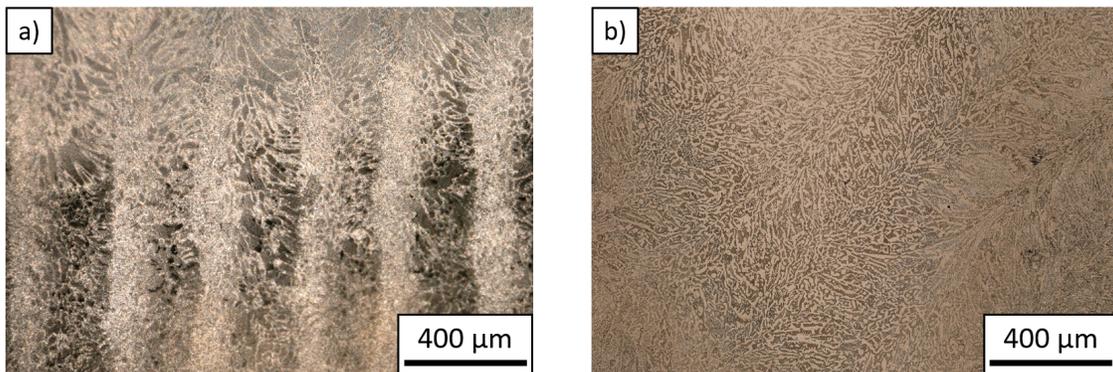


FIGURE 3.12 – Clichés au microscope optique post-test de l’acier 2507 produit par procédé LP-DED (a) brut de fabrication et (b) traité thermiquement (1125°C-3h), polarisés dans une solution à 1 M NaCl à température ambiante (20°C) et pH 6,5.

3.3.6 Courbes de polarisation des échantillons à 90°C

Les courbes de polarisation de chaque matériau testé à 90°C sont présentées dans la figure 3.13. Après le potentiel de corrosion, des pics de courant peuvent être observés. Ces pics sont dus à la formation de piqûres métastables [Garfias-Mesias et al., 1996, Tian et al., 2014]. Les piqûres stables sont formées lorsque l’on mesure une forte augmentation du courant. Le potentiel auquel ce phénomène apparaît est défini comme le potentiel de piqûration du matériau [Pickering, 1989, Garfias-Mesias et al., 1996].

Dans ces conditions expérimentales, la corrosion par piqûre est observée sur chaque échantillon. D’après les courbes de polarisation, les différents échantillons ne présentent plus les mêmes propriétés à 90°C. Le potentiel de piqûration E_{piq} permet de classer les matériaux en fonction de leur tenue à la corrosion par piqûration. Il est répertorié avec le potentiel de corrosion E_{corr} et la densité de courant de passivation I_p (densité de courant au niveau du plateau de passivation) dans le tableau 3.1.

L’acier brut de fabrication par procédé LP-DED est celui présentant la meilleure tenue à la piqûration (E_{piq} le plus élevé se situe à 366 mV/ECS), suivi des échantillons LP-DED traités thermiquement, et pour finir

le matériau forgé avec un potentiel de piqûration autour de 133 mV/ECS. Pour le cas du matériau LP-DED brut de fabrication, même si une meilleure tenue à la corrosion par piqûration est obtenue, une dispersion plus grande des mesures du potentiel de piqûration est aussi observée. La cause de cette dernière pourrait être la microstructure du matériau, vue l'hétérogénéité présente et les différences de taille de grains. Elle pourrait impacter plus fortement le résultat des essais que dans le cas des autres matériaux d'étude constitués d'une microstructure plus homogène.

Parmi les échantillons LP-DED traités thermiquement, une hiérarchie s'opère aussi et suit une tendance en fonction de la température de maintien du traitement thermique. En effet, plus la température du traitement thermique est faible (sur la plage de températures testées), meilleure est la tenue à la corrosion par piqûres du matériau. Les valeurs de E_{piq} varient entre 171 mV/ECS pour le matériau LP-DED traité thermiquement à 1275°C et 327 mV/ECS pour celui traité à 1050°C.

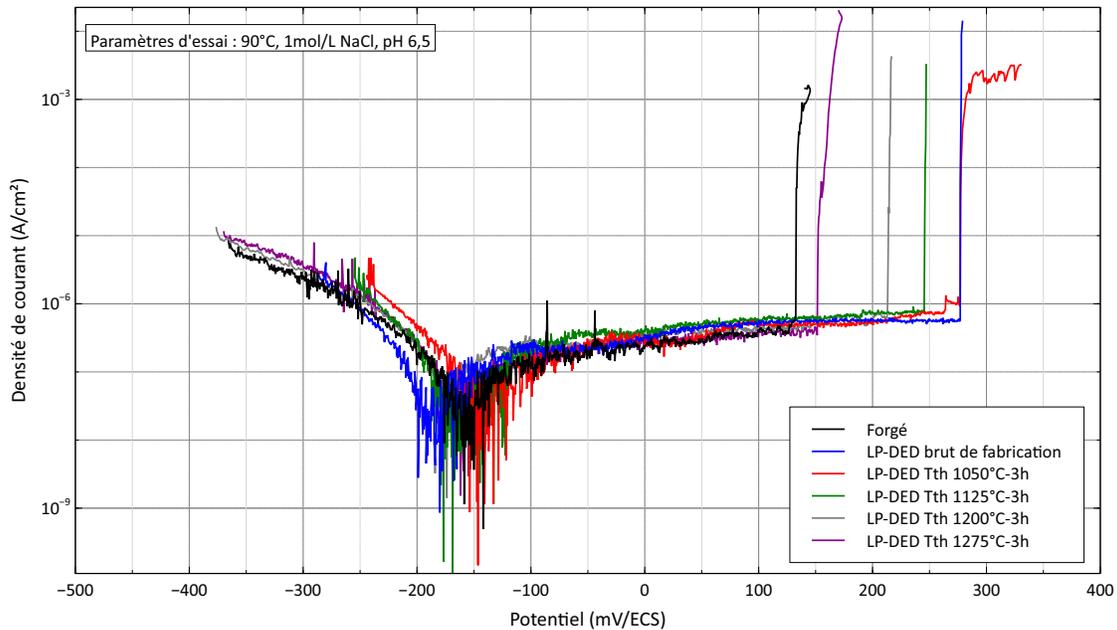


FIGURE 3.13 – Courbes de polarisation de l'acier inoxydable super duplex 2507 forgé et produit par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après traitement thermique à 1050, 1125, 1200 ou 1275°C pendant trois heures, effectuées dans une solution à 1 M NaCl à 90°C et pH 6,5.

Procédé / Traitement thermique	E_{corr} (mV/ECS)	E_{piq} (mV/ECS)	I_p (A/cm ²)
Forgé	-165	133 ± 22	10 ⁻⁷ - 10 ⁻⁶
LP-DED Brut	-180	366 ± 83	10 ⁻⁷ - 10 ⁻⁶
LP-DED Tth 1050°C-3h	-160	327 ± 46	10 ⁻⁷ - 10 ⁻⁶
LP-DED Tth 1125°C-3h	-155	238 ± 10	10 ⁻⁷ - 10 ⁻⁶
LP-DED Tth 1200°C-3h	-180	204 ± 7	10 ⁻⁷ - 10 ⁻⁶
LP-DED Tth 1275°C-3h	-165	171 ± 37	10 ⁻⁷ - 10 ⁻⁶

TABEAU 3.1 – Potentiel de corrosion (E_{corr}), de piqûration (E_{piq}), et densité de courant de passivation (I_p) pour les matériaux forgés et produits par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après traitement thermique (Tth) à 1050, 1125, 1200 ou 1275°C pendant trois heures.

Pour chaque configuration, un ratio ferrite/austénite différent est observé. Or d'après la littérature, il semble nécessaire d'évaluer la composition chimique de chacune des phases. En effet, les différences de tenue à la corrosion par piqûration pourraient être expliquées par ces différences en fonction de la configuration matériau étudiée.

3.3.7 Effets du procédé de fabrication et du traitement thermique sur la répartition des éléments d'alliage

Les figures 3.14(a), (d), (g), (j), (m) et (p) montrent respectivement les cartes de phases obtenues par EBSD sur les matériaux forgé et élaboré par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement à 1050°C, 1125°C, 1200°C et 1275°C. Les analyses microstructurales (proportion entre les phases, taille moyenne et forme de grains) pour l'ensemble de ces matériaux sont faites dans la partie 2.5. Le tableau 3.2 présente les proportions des phases ferrite et austénite, ainsi que les teneurs correspondantes de chrome, de nickel et de molybdène pour chaque phase dans chaque échantillon.

Les figures 3.14(b), (e), (h), (k), (n) et (q) mettent en évidence la répartition du chrome respectivement sur les échantillons d'acier forgé et élaboré par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement à 1050°C, 1125°C, 1200°C et 1275°C pendant 3 heures. Les figures 3.14(c), (f), (i), (l), (o) et (r) montrent la répartition du nickel pour ces matériaux.

Dans l'acier inoxydable super duplex 2507 forgé, la proportion de chrome et de molybdène dans la phase ferrite est plus élevée que dans la phase austénitique. À l'inverse, la teneur de nickel dans l'austénite est plus élevée de quelques pourcents (tableau 3.2) que dans la ferrite, ce qui montre une distribution préférentielle de l'élément dans les phases [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012].

Le matériau LP-DED brut de fabrication ne suit pas le même schéma, avec une répartition équivalente des éléments dans chacune des deux phases.

Après traitement thermique, quel qu'il soit (dans la gamme étudiée), les teneurs en éléments d'alliage de l'acier produit par procédé LP-DED se rapprochent de ce qui est observé pour le matériau forgé. En effet, le chrome et le molybdène sont présents en proportions plus importantes dans la ferrite que dans l'austénite, et inversement pour le cas du nickel.

Les variations des teneurs en éléments d'alliage sont étudiées de façon plus approfondies dans la section 3.3.8, partie dans laquelle une discussion est menée sur le lien possible entre la répartition des éléments dans les phases, la microstructure et la corrosion par piqûration.

Procédé / Traitement thermique	Proportion de phase (%)		% Cr		% Ni		% Mo	
	α	γ	α	γ	α	γ	α	γ
Forgé	59,9	40,1	24,90	21,9	5,1	7,4	3,4	2,6
LP-DED Brut	79,0	21,0	23,9	23,9	6,4	6,5	4,0	4,0
LP-DED Tth 1050°C-3h	43,5	56,5	26,3	25,0	5,4	7,8	4,0	3,7
LP-DED Tth 1125°C-3h	46,4	53,6	26,0	25,1	5,5	7,8	3,9	3,8
LP-DED Tth 1200°C-3h	50,6	49,4	26,1	24,9	5,7	7,6	4,0	3,7
LP-DED Tth 1275°C-3h	56,2	43,8	26,0	25,0	5,8	7,5	4,0	3,6

TABLEAU 3.2 – Proportions des phases et répartition du chrome, nickel et molybdène pour l'acier 2507 forgé et produit par procédé LP-DED, brut de fabrication ou traité thermiquement (Tth).

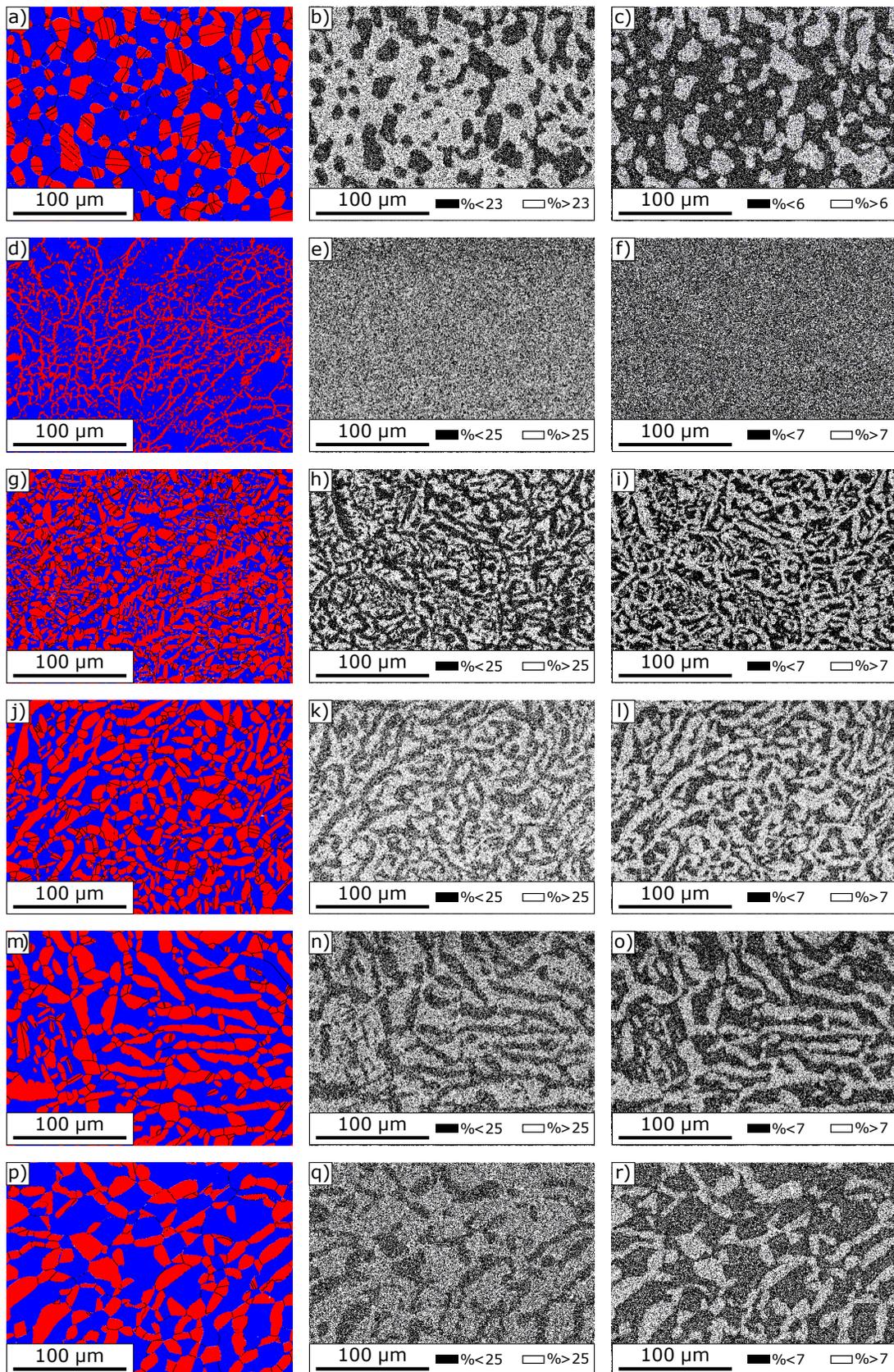


FIGURE 3.14 – Cartographies EBSD des phases (a-d-g-j-m-p) (bleu : ferrite et rouge : austénite) et répartition du chrome (b-e-h-k-n-q) et du nickel (c-f-i-l-o-r) obtenues par des mesures EDS sur le matériau forgé (a-b-c) et produits par procédé LP-DED, brut de fabrication (d-e-f) et traités thermiquement à 1050°C (g-h-i), 1125°C (j-k-l), 1200°C (m-n-o) et 1275°C (p-q-r) pendant 3 heures.

3.3.8 Mise en relation de la répartition des éléments chimiques, de la microstructure et de la tenue à la corrosion par piqûration

La figure 3.15 présente l'évolution du potentiel de piqûre en fonction de la proportion de ferrite pour les différentes configurations de fabrication testées.

Pour les échantillons LP-DED traités thermiquement, les résultats montrent une dépendance du potentiel de piqûre au pourcentage de ferrite, avec une diminution du potentiel de piqûre lorsque le pourcentage de ferrite augmente. Ces résultats sont cohérents avec [Zhang et al., 2009] et [Guo et al., 2014] qui ont obtenu les mêmes résultats pour des aciers inoxydables "lean duplex". Le matériau forgé suit la même tendance avec une proportion de ferrite plus élevée que pour les échantillons LP-DED traités thermiquement et un potentiel de piqûre plus faible.

Cependant, l'échantillon LP-DED brut de fabrication présente un potentiel de piqûration élevé malgré sa proportion élevée de ferrite, ce qui va à l'inverse de la tendance observée sur les autres échantillons. Cela peut être le résultat de sa microstructure très différente de celle des autres échantillons, avec la présence d'austénite principalement le long des joints de grains et dont la taille moyenne des grains est bien plus faible que pour les autres matériaux de l'étude. [Jinlong et al., 2016] ont montré que la résistance à la corrosion par piqûre d'un acier duplex 2205 avec des grains très fins était meilleure que celle pour un acier de même nuance à gros grains. Comme l'expliquent les auteurs, l'augmentation du nombre de joints de grains due à l'affinement du grain pourrait améliorer la diffusion du chrome et favoriser la formation d'un film passif compact. Ce fait pourrait également expliquer la bonne résistance à la corrosion par piqûres de l'échantillon LP-DED brut de fabrication, même si l'écart de taille moyenne entre les grains des différentes configurations n'est pas aussi important que pour les configurations présentées dans la littérature. Les mêmes observations ont été faites dans [Di Schino et al., 2003] sur un acier inoxydable austénitique.

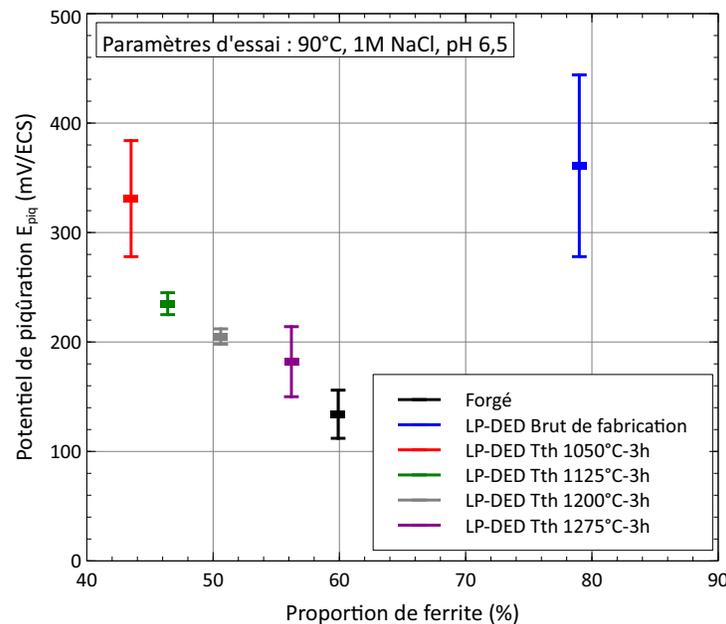


FIGURE 3.15 – Graphe reliant le potentiel de piqûration à 90°C à la proportion de ferrite pour les échantillons fabriqués par forgeage et par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C.

D'après les résultats précédents, le procédé mais aussi le post-traitement du matériau jouent un rôle sur la résistance à la corrosion, en particulier pour la corrosion par piqûres à 90°C. La répartition des éléments chimiques dans les échantillons produits par procédé LP-DED et traités thermiquement est plus particulièrement étudiée ci-dessous.

Afin d'explorer la relation entre le pourcentage de la fraction de ferrite et la résistance à la corrosion par piqûration, des observations de la teneur en Cr et Mo dans les deux phases de l'acier inoxydable super duplex 2507 sont effectuées pour les échantillons LP-DED 2507 traités thermiquement et reportées respectivement sur la figure 3.16(a) et (b).

Pour la teneur en chrome, l'écart entre les phases ferritique et austénitique se resserre à mesure que la

proportion de la phase α augmente. Dans l'austénite, cette proportion reste presque constante. À l'inverse, l'écart entre les teneurs en molybdène des phases α et γ augmente avec la proportion de ferrite, avec une diminution de la teneur en molybdène dans la phase austénitique et une teneur constante dans la phase ferritique.

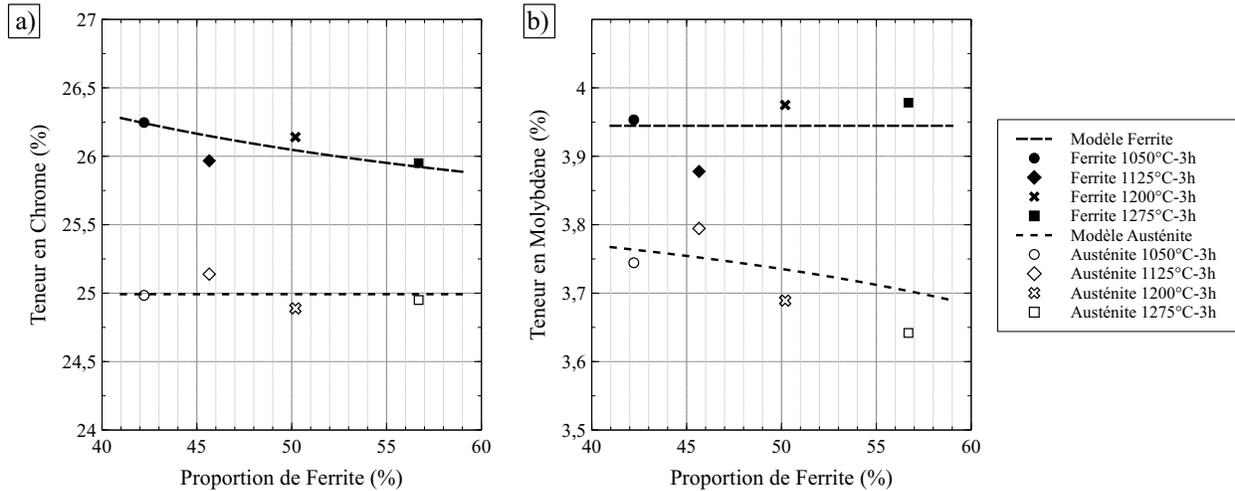


FIGURE 3.16 – Graphes reliant la teneur en chrome (a) et en molybdène (b) à la proportion de ferrite pour les phases ferritiques et austénitiques des échantillons d’acier duplex 2507 fabriqués par procédé LP-DED et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C.

Afin d’évaluer l’influence des éléments sur la résistance à la corrosion par piqûre, un calcul de l’indice équivalent de résistance à la corrosion par piqûre (PREN) est effectué pour les deux phases sur chaque matériau LP-DED traité thermiquement et présenté dans la figure 3.17. Le calcul du PREN suit la formule $\%Cr + 3,3\%Mo + 16\%N$ pour cette étude. La teneur globale en azote est fixée par sa teneur initiale dans la poudre (0,29%). La limite de l’azote dans la ferrite se situant autour de 0,05% [Murkute et al., 2020], elle est fixée comme telle pour chaque échantillon. Une loi des mélanges est alors faite pour obtenir la teneur en azote dans l’austénite (Tableau 3.3). Une exception est faite pour le matériau LP-DED brut. Au vu de la distribution très homogène des autres éléments dans les deux phases, la teneur en azote est considérée comme identique dans chacune des phases pour cette configuration.

Procédé / Traitement thermique	N_{poudre} ou N_{forge}	N_{α}	N_{γ}
Forgé	0,17	0,05	0,35
LP-DED Brut de fabrication	0,29	0,29	0,29
LP-DED Tth 1050°C-3h	0,29	0,05	0,46
LP-DED Tth 1125°C-3h	0,29	0,05	0,50
LP-DED Tth 1200°C-3h	0,29	0,05	0,53
LP-DED Tth 1275°C-3h	0,29	0,05	0,62

TABLEAU 3.3 – Valeurs estimées de la teneur en azote dans la matière globale (N_{poudre} pour les échantillons LP-DED et N_{forge} pour le matériau forgé), les phases ferritiques (N_{α}) et austénitiques (N_{γ}).

Dans la figure 3.17, on peut voir que les valeurs estimées du PREN dans la phase ferritique diminuent légèrement lorsque la proportion en ferrite augmente. À l’inverse, le PREN de la phase austénitique augmente dans ce même temps. Ces évolutions sont logiques car le PREN de la phase α dépend fortement de la teneur en chrome, dont la teneur diminue avec l’accroissement de la proportion de ferrite dans le matériau (figure 3.16), alors que le PREN de la phase γ va être influencé par la forte augmentation de la teneur en azote lorsque la proportion d’austénite diminue. Comme observé dans [Weber and Uggowitzer, 1998], la résistance à la piqûre de l’ensemble du matériau est caractérisée par la résistance à la piqûre de la phase la plus faible pour les aciers inoxydables duplex et super duplex.

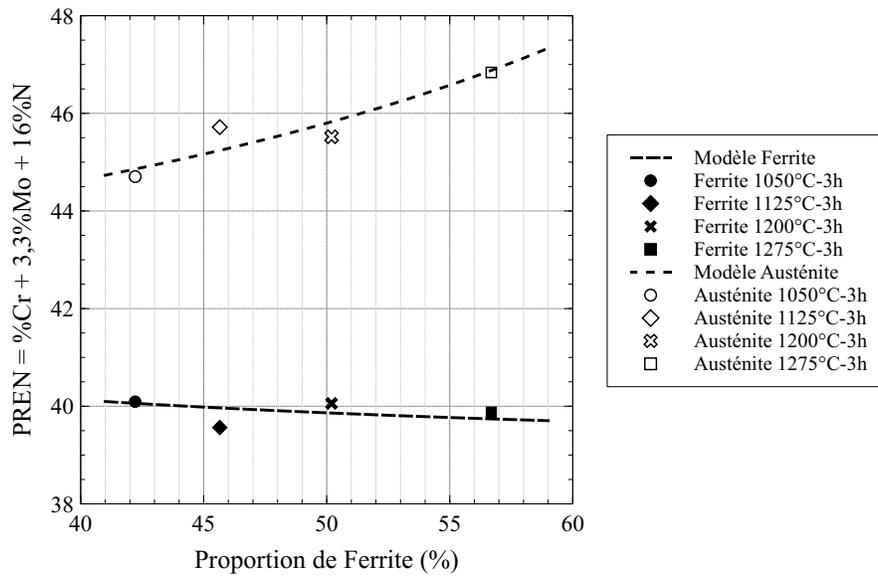


FIGURE 3.17 – Valeurs PREN pour les phases α et γ des échantillons d'acier duplex 2507 fabriqués par procédé LP-DED et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C en fonction de la proportion de ferrite.

Pour comparer la résistance à la corrosion par piqûre de chaque échantillon, toutes les valeurs PREN sont indiquées dans le tableau 3.4. En ce qui concerne le matériau forgé, sa composition chimique n'est pas exactement la même que celle de la poudre, en particulier pour les teneurs en molybdène et azote. La teneur en azote dans la phase austénitique a été estimée à 0,35% en utilisant une loi de mélange considérant une teneur globale en azote de 0,17% (tableau 3.3). Par conséquent, le PREN est estimé à 37,1 pour la ferrite, et à 36 pour l'austénite (tableau 3.4).

Ces valeurs sont nettement inférieures à celles des échantillons LP-DED traités thermiquement, en particulier pour la phase γ . Cela est dû à une plus faible teneur en chrome, en molybdène et surtout en azote dans l'acier forgé par rapport aux échantillons LP-DED. Ce résultat pourrait expliquer la résistance réduite à la corrosion par piqûres soulignée par la courbe de polarisation, figure 3.13, obtenue dans la solution à 90°C. Il est également intéressant de noter que dans ce cas, la phase la plus faible est la phase austénitique, mais que la différence de PREN entre les deux phases n'est pas aussi élevée que pour les échantillons LP-DED traités thermiquement (environ 1 contre plus de 4 pour les matériaux produits par procédé LP-DED et traités thermiquement).

Pour le matériau produit par procédé LP-DED brut de fabrication, les valeurs de PREN sont égales au vu des relevés et des hypothèses effectuées. Elles sont cependant plus élevées que les valeurs de PREN dans la phase la plus faible des autres configurations, ce qui peut expliquer sa meilleure tenue à la corrosion par piqûration.

Procédé / Traitement thermique	PREN $_{\alpha}$	PREN $_{\gamma}$
Forgé	37,1	36
LP-DED Brut de fabrication	42,1	42,1
LP-DED Tth 1050°C-3h	40,2	44,6
LP-DED Tth 1125°C-3h	39,6	45,8
LP-DED Tth 1200°C-3h	40,1	45,5
LP-DED Tth 1275°C-3h	39,7	46,8

TABLEAU 3.4 – Valeurs de PREN spécifique calculées pour les phases ferritique (PREN $_{\alpha}$) et austénitique (PREN $_{\gamma}$) des échantillons d'acier duplex 2507 fabriqués par forgeage et par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement pendant 3 heures à 1050°C, 1125°C, 1200°C, 1275°C.

Au niveau des échantillons LP-DED traités thermiquement, le fait que la phase ferritique soit la phase faible vis-à-vis calcul du PREN est aussi retrouvé lors d'analyses post-essai de polarisation. L'analyse des piqûres par MEB-EBSD (figure 3.18), montre effectivement une corrosion préférentielle de la ferrite (figures 3.18(a) et 3.18(c)). Aussi, l'amorçage de la piqûration semble principalement se faire aux joints de grains entre la ferrite et l'austénite (figures 3.18(b) et 3.18(d)).

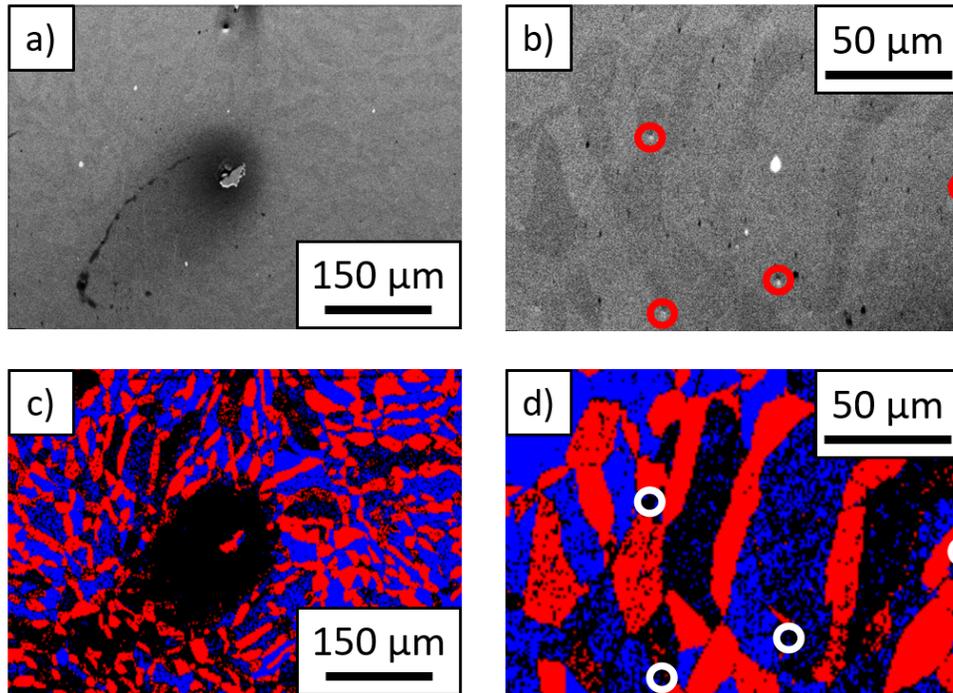


FIGURE 3.18 – Images MEB (a-b) et cartographies des phases (c-d) de piqûres à faible (a-c) et plus fort (b-d) grossissements sur un échantillon d'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1275°C pendant 3 heures (bleu : ferrite et rouge : austénite).

Dans cette partie 3.3, il est démontré que la résistance à la corrosion par piqûration est étroitement liée à la microstructure, principalement à travers la répartition des éléments d'alliage. Cette distribution est influencée par la proportion des phases constitutives de l'acier étudié. Malgré les variations de composition chimique observées dans ces phases, il est observé que la ferrite présente généralement le plus faible indice PREN parmi les configurations examinées, à l'exception de l'acier imprimé brut de fabrication où le PREN semble équivalent pour les deux phases. À partir des observations au MEB et à l'EBS, il est manifeste que la valeur spécifique du PREN pour chaque phase constitue un indicateur fiable pour identifier la phase la plus vulnérable à la corrosion par piqûration. Les résultats des essais de polarisation à 90°C montrent qu'une comparaison des tenues à la corrosion par piqûre pour les configurations "procédé - traitement thermique" testées peut se faire à l'aide des PREN spécifiques, en prenant la plus faible pour chaque configuration.

3.4 Corrosion sous contrainte

3.4.1 Préambule

La corrosion sous contrainte (CSC) est une forme de corrosion un peu spécifique par rapport à celles discutées jusqu'à présent puisqu'elle est assistée par une sollicitation mécanique. Cette sollicitation peut être menée par une contrainte ou une déformation imposée au matériau. C'est le couplage de l'environnement sévère et de la sollicitation mécanique qui va induire sur un matériau l'apparition de la corrosion sous contrainte, se manifestant par la fissuration de ce dernier. Ce phénomène est souvent illustré par un diagramme de Venn, comme figure 3.19 [Laghoutaris, 2009, Huguenin, 2012]. Le terme de "corrosion sous contrainte" est le plus souvent mentionné par une sollicitation mécanique monotone, quand le terme de "fatigue-corrosion" est lui indiqué par une sollicitation cyclique. Dans les deux cas, le mécanisme de fissuration suit le même développement, donc l'explication faite ci-après sur la corrosion sous contrainte peut être appliquée à la fatigue-corrosion.

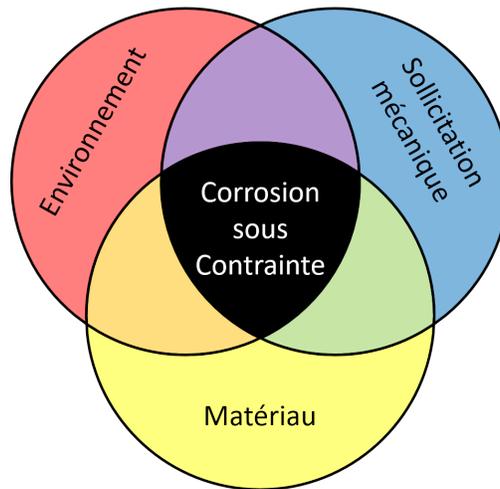


FIGURE 3.19 – Diagramme de Venn illustrant la corrosion sous contrainte, inspiré de [Laghoutaris, 2009, Huguenin, 2012].

La fissuration conduite par la corrosion sous contrainte est la majeure partie du temps soit intergranulaire soit intragranulaire (ou transgranulaire). La différence, schématisée figure 3.20, est le chemin que va suivre la fissure. La fissure est qualifiée d'intergranulaire si le chemin suit les joints de grains et à l'inverse d'intragranulaire si la fissure traverse les grains du matériau.

- Le processus de développement de la corrosion sous contrainte se décrit généralement en deux étapes :
- L'amorçage de la fissure, qui est induite par le couplage environnement/sollicitation sur le matériau ;
 - La propagation, étape qui est la plus souvent rapide en comparaison de la précédente.

Différentes causes d'amorçage existent, mais les plus mentionnées en corrosion sous contrainte sont la présence d'inclusions et/ou de joints de grains, l'état de surface de la matière attaquée et le développement de bandes de glissement dû à la sollicitation mécanique.

Le passage entre les deux étapes symbolise la criticité de ce phénomène de corrosion vis-à-vis de la durabilité du matériau. Il est usuellement défini soit par une profondeur critique de défaut, relative à la microstructure étudiée, soit par une augmentation importante de la vitesse de propagation de la fissure (accroissement d'un facteur 10 à 1000 suivant les matériaux entre les deux phases), ou encore par un facteur d'intensité des contraintes dépassant un seuil critique.

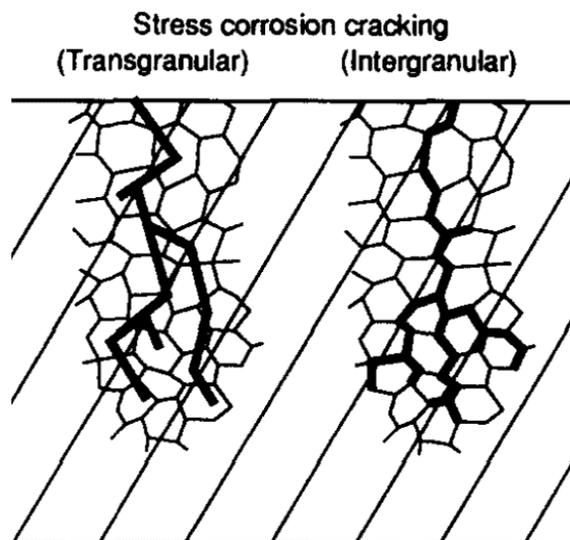


FIGURE 3.20 – Morphologie des fissures de corrosion sous contrainte [Staeble, 1995].

Lors d’essais de corrosion sous contrainte ou de fatigue-corrosion, plusieurs facteurs peuvent donc influencer le comportement du matériau ou de la couche passive :

- L’environnement : présence d’oxygène, température, acidité, composition chimique, temps d’immersion, potentiel imposé [Lee and Uhlig, 1972, Leymonie et al., 1989, Sunada et al., 2006, Zhou et al., 2017, Luo et al., 2021] ;
- Les conditions mécaniques de l’essai : contrainte, fréquence et/ou vitesse de déformation [Hassani et al., 2012, El May et al., 2013] ;
- Le matériau de l’éprouvette : composition chimique, traitement thermique, présence de piqûres en amont [Tsai and Chen, 2000] ;
- Les conditions de surfaces de l’échantillon : rugosité et application de traitements de surface (exemple : grenailage) [Lieurade, 1998, Peyre and Vignal, 2019].

3.4.2 Bibliographie

[Tsai and Chen, 2000] ont étudié le comportement en corrosion sous contrainte d’un acier inoxydable 2205 (traité thermiquement à 1100°C pendant une heure) dans un milieu N₂ désaéré chargé à 26wt% en NaCl à un pH de 6,0. Les essais de polarisation à 90°C montrent un palier passif jusque -160mV, potentiel à partir duquel les phénomènes de corrosion par piqûre commencent, mais aussi où les propriétés de tenue à la corrosion sous contrainte chutent considérablement (cf. figure 3.21(a)). Selon les auteurs, les piqûres seraient responsables de l’initiation des fissures alors que la dissolution de la phase α serait responsable de leur propagation.

[Luo et al., 2021] ont étudié le comportement en traction uniaxiale d’un acier inoxydable contenant 13% de chrome à l’air et dans une solution contenant 3,5% (en masse) de NaCl et un gaz 10%O₂-90%CO₂ dissout en continu. Différents potentiels électrochimiques sont appliqués lors des essais de traction, réalisés à une vitesse de déformation de 10⁻⁶s⁻¹.

Ils montrent qu’à l’air libre, le matériau possède de meilleures propriétés mécaniques que lorsque celui-ci est plongé dans la solution. Il résulte de ce changement d’environnement une diminution de la contrainte maximale et de la déformation à rupture (Figure 3.21(b)). Aussi, en fonction du potentiel appliqué de grandes différences peuvent être observées, avec notamment un allongement à rupture pouvant osciller entre 5 et 20% pour les potentiels étudiés (sur la figure 3.21(b), E_{corr} est égal à -125mV/Ag-AgCl).

Pour les essais réalisés en milieu à potentiel libre ou à potentiel anodique imposé, les fissures s’initient aux piqûres de corrosion et se propagent ensuite dans le matériau, comme schématisé figure 3.22. Lors de la réalisation des essais sous un potentiel cathodique, la formation d’hydrogène et sa capacité à pénétrer le matériau et former du H₂ dans les grains entraîne l’initiation des fissures due à un mécanisme de fragilisation par hydrogène.

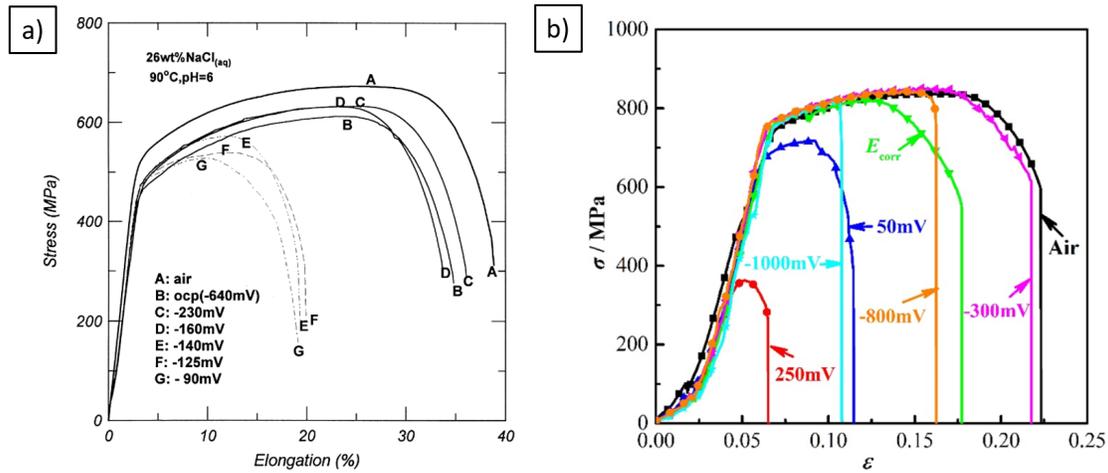


FIGURE 3.21 – (a) Effet du potentiel appliqué sur des essais de traction sur un acier inoxydable duplex 2205 en milieu N_2 désaéré (vitesse de déformation de $4,1 \times 10^{-6} s^{-1}$) [Tsai and Chen, 2000] et (b) sur un acier inoxydable 13Cr dans une solution contenant 3,5% (en masse) de NaCl et un gaz 10% O_2 -90% CO_2 dissout en continu sous différents potentiels [Luo et al., 2021].

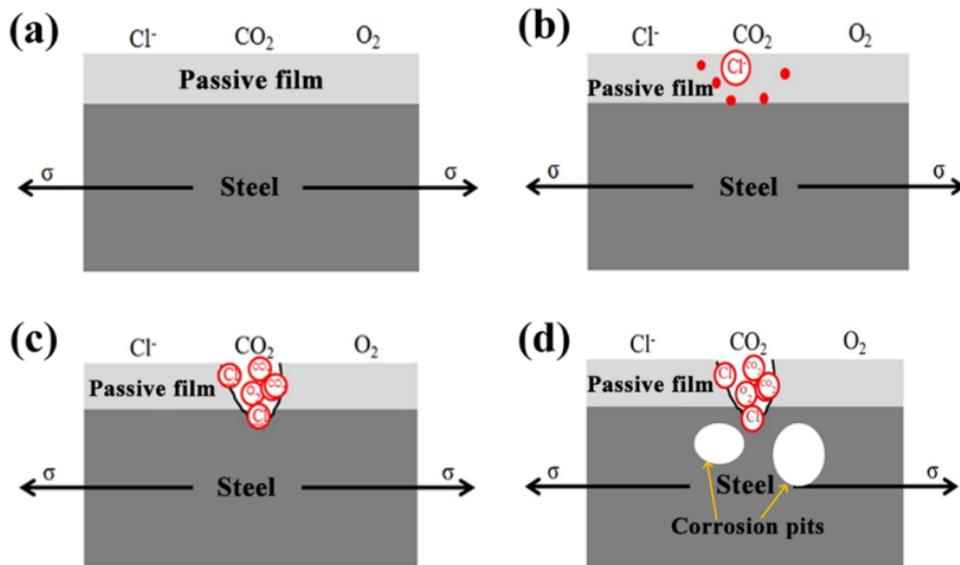


FIGURE 3.22 – Modèle de corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable 13Cr sous polarisation anodique dans une solution contenant 3,5% (en masse) de NaCl et un gaz 10% O_2 -90% CO_2 dissout en continu [Luo et al., 2021].

[Ebara, 2007] a étudié l'initiation et la propagation de fissures lors d'essais de fatigue corrosion dans un acier inoxydable contenant 12% de chrome dans un milieu aqueux salin (jusqu'à 3% de NaCl). Il en ressort que les fissures s'amorcent au niveau des piqûres de corrosion (figure 3.23(a)) et que ces fissures se propagent dans la zone intergranulaire du matériau. De plus, l'environnement extérieur et notamment le taux de NaCl dans celui-ci jouent un rôle majeur dans les propriétés en fatigue du matériau. L'auteur montre que la présence de NaCl engendre une diminution de la tenue en fatigue du matériau (voir figure 3.23(b)) et cela même pour de faibles proportions.

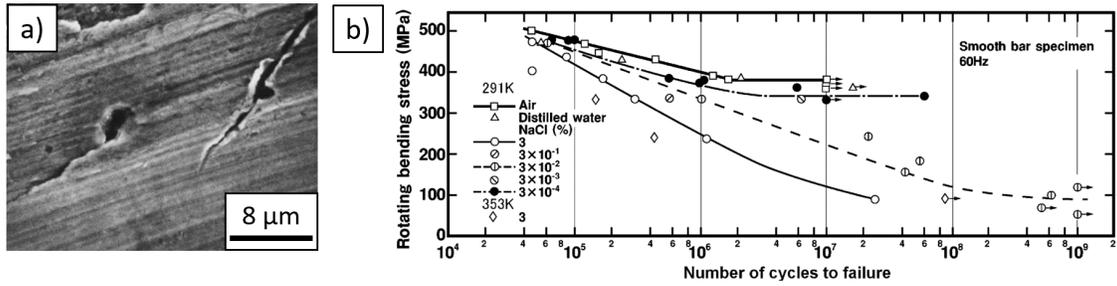


FIGURE 3.23 – (a) Fissures sur des petites piqûres de corrosion observées sur une aube mobile d’une turbine à vapeur défaillante et (b) Courbes S-N d’un acier inoxydable contenant 12% de chrome dans différentes concentrations de NaCl (flexion rotative, 60Hz, R=-1) [Ebara, 2007].

El May & al. [El May et al., 2013] ont étudié le comportement d’un acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3 dans différentes solutions aqueuses. L’étude montre que quel que soit le milieu corrosif (eau distillée, 0,044M Na₂SO₄, ou 0,1M NaCl + 0,044M Na₂SO₄), celui-ci influe sur le comportement en fatigue du matériau en diminuant ses propriétés mécaniques, ici en traction (figure 3.24(a)).

La raison avancée de cette diminution des propriétés mécaniques est qu’à partir d’une certaine amplitude, lorsque le film protecteur rompt, il n’a pas le temps de se régénérer à cause de la fréquence de sollicitation (20-120Hz). Comme cela est montré figure 3.24(b), le film a besoin de plusieurs dizaines d’heures pour se reformer après une activité cyclique dans les environnements sévères testés. La rupture de ce film en cours d’essai est mise en évidence par une chute du potentiel libre (figures 3.24(b) et 3.25).

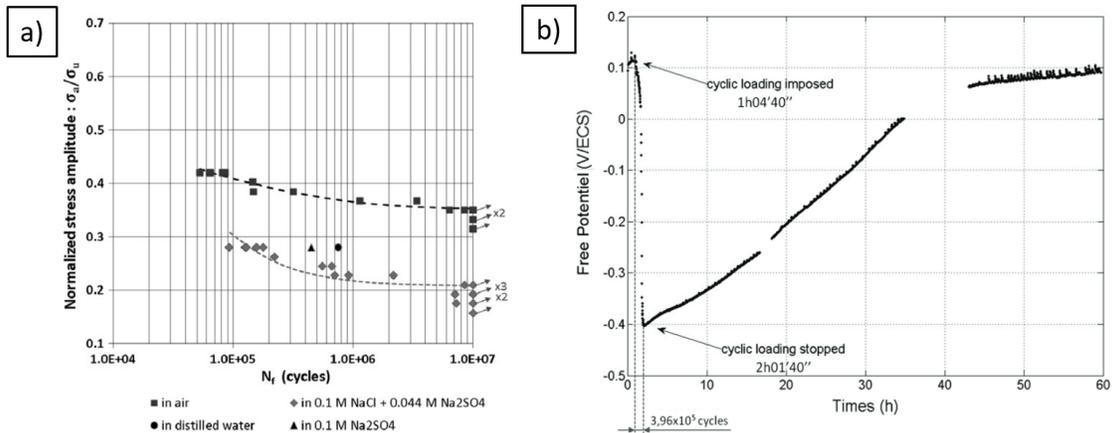


FIGURE 3.24 – (a) Courbe S-N (Probabilité de survie = 0,5) pour les échantillons testés à l’air et en milieux aqueux à 120Hz et (b) Dépassements par chargement cyclique ($\frac{\sigma_a}{\sigma_u} = 0,28$, R=0,1 et f=120Hz) puis repassivation sans chargement cyclique en solution corrosive (0,1M NaCl + 0,044M Na₂SO₄) [El May et al., 2013].

El May propose un scénario pour expliquer ces phénomènes. La sollicitation mécanique se traduit localement, à la surface du matériau, par la fracture du film passif et l’apparition de bandes de glissement persistantes (PSB en anglais pour ”Persistent Slip Band”). Le film n’ayant pas le temps de se reformer du fait de la fréquence de sollicitation élevée, le métal est en contact direct avec le milieu corrosif, permettant sa dissolution dans le milieu et l’initiation de fissure dans le matériau (figure 3.26).

Un scénario similaire est donné par [Xu et al., 2008] pour une autre nuance d’acier inoxydable. Diaz dans son étude, conclut que la présence de chlore joue un rôle important dans l’endommagement et la formation/croissance de la couche passive mais que d’autres facteurs, tel que la température et l’oxygène disponible dans le milieu sont aussi à prendre en compte [Díaz et al., 2009].

Palin-Luc & al ont étudié le comportement en fatigue-corrosion jusqu’à 10⁹ cycles avec une haute fréquence de chargement (20kHz), en traction, d’échantillons d’un acier faiblement allié vierges, corrodés et plongés dans un milieu corrosif et montrent une nette diminution de la durée de vie du matériau en milieu corrosif (environ 70%) [Palin-Luc et al., 2010].

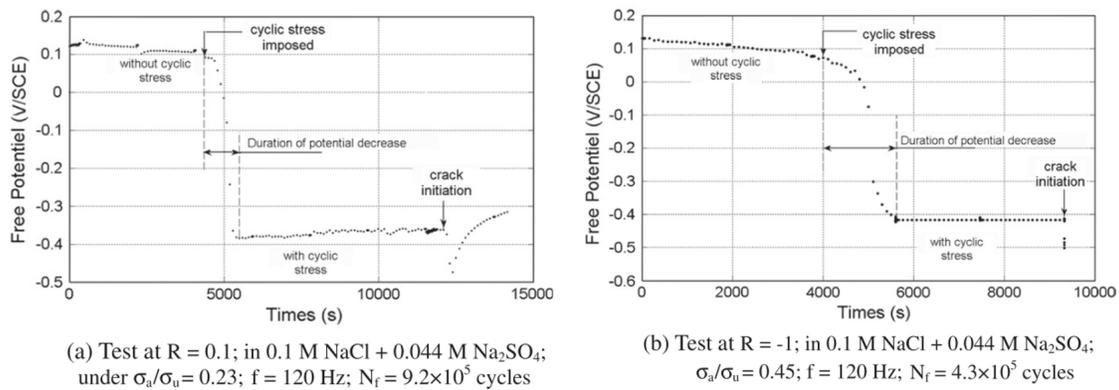


FIGURE 3.25 – Évolution du potentiel libre pendant un essai de fatigue-corrosion à (a) $R=0,1$ et (b) $R=-1$ [El May et al., 2013].

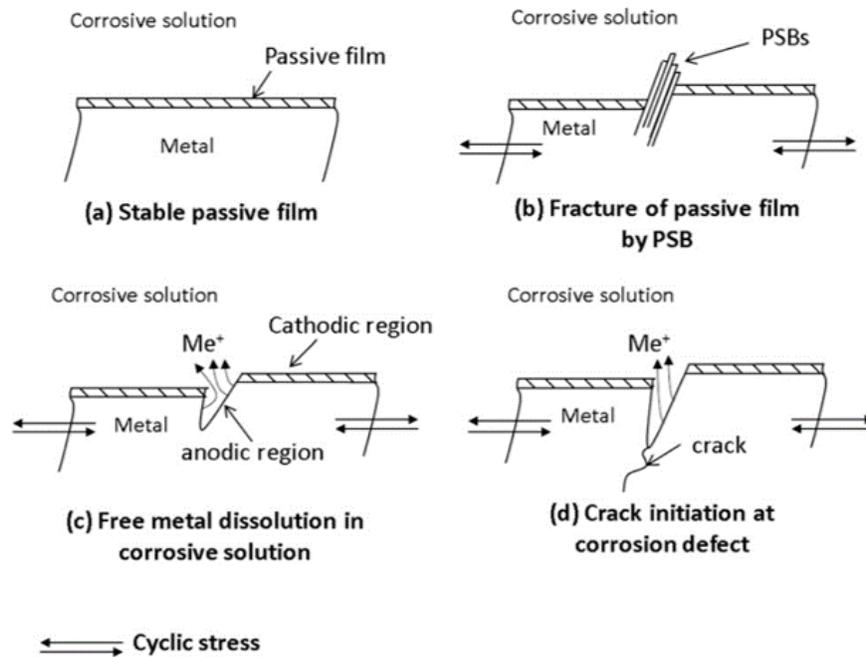


FIGURE 3.26 – Scénario d’initiation de fissure sur un acier inoxydable martensitique X12CrNiMoV12-3 en fatigue-corrosion (10^5 - 10^7 cycles, fréquence de sollicitation de 120Hz) [El May et al., 2013].

Lieurade [Lieurade, 1998] explique qu’une éprouvette corrodée ne présentera pas forcément une diminution de la durée de vie en fatigue, et qu’aussi, une éprouvette ayant déjà subi un essai de fatigue sans rupture ne verra pas forcément sa vitesse de corrosion augmenter. La fatigue corrosion est donc bien un effet de ”combinaison/couplage” puisque chacune des sollicitations, isolées, ne permet pas d’atteindre le même résultat.

Dans la suite de la partie, un protocole expérimental ainsi que des résultats sur la tenue à la corrosion du LP-DED brut sous contrainte sont présentés sous forme de pistes exploratoires. La fatigue-corrosion n’est pas abordée d’un point de vue résultat, même si les points relevés dans la littérature amènent un certain nombre de questionnements qui font parties des perspectives de cette thèse.

3.4.3 Méthode expérimentale des essais de corrosion sous contrainte (CSC) en milieu NaCl

Échantillons :

Des essais de corrosion sous contrainte ont été menés uniquement sur le matériau imprimé par procédé LP-DED brut de fabrication. Pour réaliser des éprouvettes, des cylindres de 165 mm de haut et d'un diamètre de 15 mm sont réalisés de manière à ce que l'axe de révolution du cylindre soit parallèle à l'axe de fabrication (perpendiculaire au substrat).

Ces cylindres sont séparés du substrat et usinés suivant le plan présenté figure 3.27, avec une zone utile de 10 mm de longueur et de 4 mm de diamètre. Des filets de taille M12 sur 25 mm à chaque extrémité de l'éprouvette sont ensuite usinés. Ces derniers serviront pour serrer l'éprouvette dans les mors de la machine de traction. Une finition par polissage au papier SiC #1200 est finalement effectuée afin d'obtenir des éprouvettes avec un état de surface semblable et maîtrisé. Les éprouvettes sont ensuite laissées pendant 24 heures à l'air libre avant les essais, pour permettre la régénération du film passif.

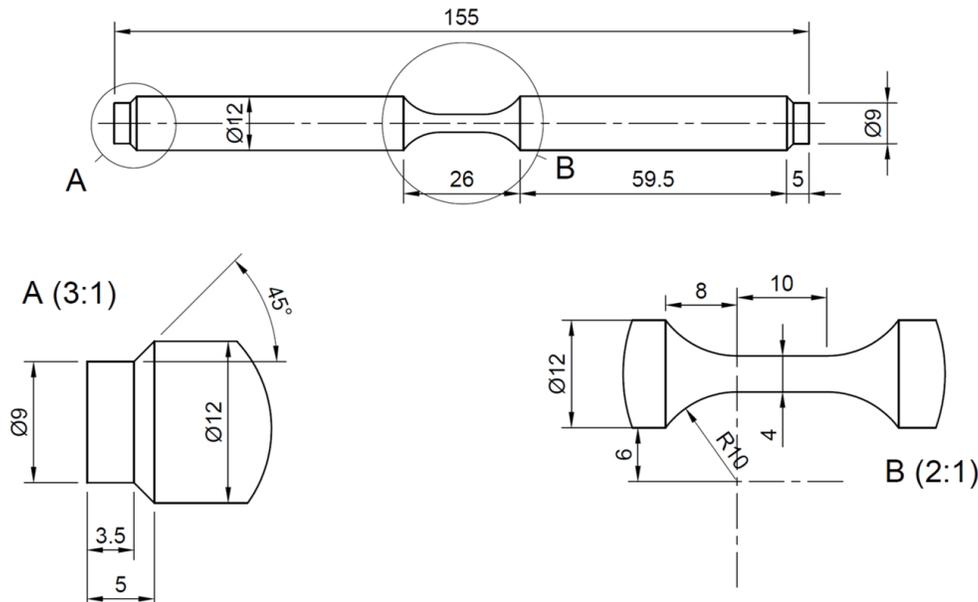


FIGURE 3.27 – Plan des éprouvettes de corrosion sous contrainte (en mm).

Mise en place :

Le dispositif global utilisé pour réaliser les essais de corrosion sous contrainte (CSC) est montré figure 3.28(a). La machine de traction utilisée pour réaliser les essais de CSC est une machine hydraulique Zwick Roell HC25.

La cellule en verre (figure 3.28(b)) permet la circulation d'un circuit d'eau immergeant la zone utile de l'éprouvette. Ce circuit d'eau est maintenu en permanence à la température souhaitée grâce à une pompe MGW Lauda C6 avec un système de régulation de température inclus (visible figure 3.28(a)). Trois accès supplémentaires au niveau de la cellule permettent l'insertion d'une contre-électrode de platine et d'une électrode de référence, pour la mesure et l'application d'un potentiel électrique pendant les essais, et d'un thermocouple pour la mesure de température.

Le lien entre le potentiostat et l'éprouvette, pour que cette dernière puisse servir d'électrode de travail, est réalisé par une rondelle conductrice montée serrée autour de l'éprouvette (au niveau de la "prise de tension électrode de travail" sur la figure 3.28(b)), maintenue entre un écrou et le mors supérieur, et reliée au potentiostat. Le potentiostat est lui branché sur batterie (générateur mobile PowerMove 1000W) tout au long de l'essai de CSC permettant à l'éprouvette d'être isolée électriquement de la terre.

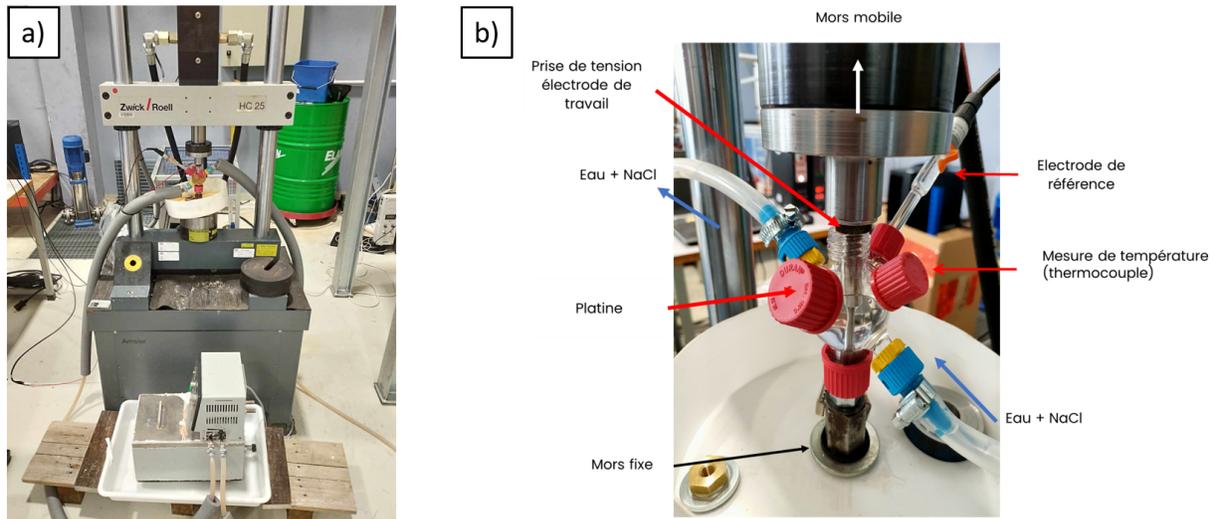


FIGURE 3.28 – (a) Installation globale pour effectuer un essai de corrosion sous contrainte et (b) agrandissement autour de la cellule de corrosion.

Protocole de l'essai :

D'abord, l'éprouvette est laissée durant une heure à contrainte nulle dans le milieu d'essai (lorsqu'il s'agit de la solution avec 1M de NaCl à température ambiante ou à 90°C), permettant la stabilisation de la couche passive dans le milieu. Une consigne en déplacement est ensuite appliquée au mors supérieur (le mors inférieur est fixe) de sorte à atteindre une vitesse de déformation de 10^{-6}s^{-1} . Au moment du démarrage de la consigne en déformation, un potentiel électrique (si nécessaire) est imposé de façon continu jusqu'à la fin de l'essai. La rupture totale de l'éprouvette signale la fin de l'essai.

Les conditions des essais de CSC réalisés sont données dans le tableau 3.5. Chacune des conditions d'étude n'a été effectuée qu'une seule fois.

Dénomination	Matériau	Milieu	Température du milieu	Potentiel électrique imposé
Air, Température ambiante	LP-DED Brut	Air	Ambiante	Aucun
1M NaCl, Température ambiante	LP-DED Brut	H ₂ O + 1M NaCl	Ambiante	Aucun
1M NaCl, 90°C, libre	LP-DED Brut	H ₂ O + 1M NaCl	90°C	Aucun
1M NaCl, 90°C, +200mV/ECS	LP-DED Brut	H ₂ O + 1M NaCl	90°C	+200 mV/ECS

TABLEAU 3.5 – Potentiel de corrosion (E_{corr}), de piqûration (E_{piq}), et densité de courant de passivation (I_p) pour les matériaux forgé et produits par procédé LP-DED, brut de fabrication ou après traitement thermique (Tth) à 1050, 1125, 1200 ou 1275°C pendant trois heures.

3.4.4 Résultats des essais de corrosion sous contrainte (CSC)

Les résultats obtenus en CSC sont comparés à un essai de traction effectué à l'air ambiant figure 3.29 pour l'acier LP-DED brut. Peu de différences sont observées entre les essais à l'air et dans la solution 1M NaCl sans potentiel imposé. L'allongement à rupture reste la même pour les trois conditions d'essais sans potentiel imposé. Ce résultat, notamment à 90°C, démontre une bonne résistance à la corrosion sous contrainte du matériau pour une vitesse de déformation imposée de 10^{-6}s^{-1} .

Le fait d'imposer d'un potentiel à +200mV/ECS au niveau de l'éprouvette LP-DED brut de fabrication lors de l'essai de corrosion sous contrainte dans la solution 1M NaCl à 90°C induit une dégradation du comportement mécanique du matériau (ce potentiel imposé reste inférieur au potentiel de piqûration E_{piq} du matériau LP-DED brut de fabrication donné dans la partie 3.3 : 366 mV/ECS). L'allongement à rupture est réduit d'environ 30-35% par rapport aux autres cas étudiés.

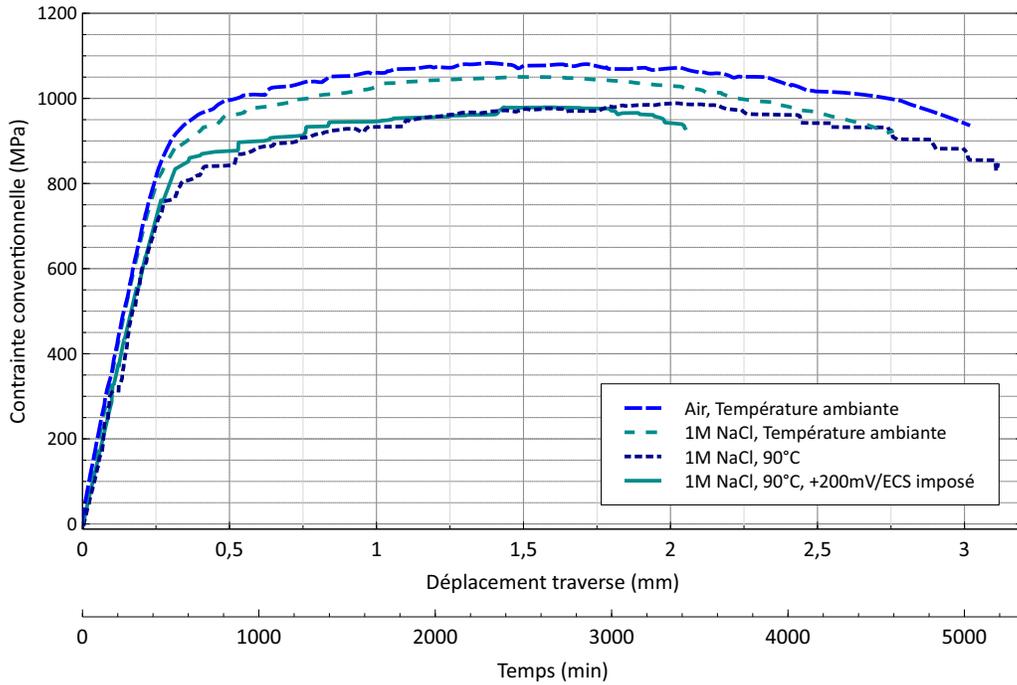


FIGURE 3.29 – Courbes contrainte-déformation conventionnelle à partir d’essais de CSC sur l’acier 2507 LP-DED brut de fabrication, sous différentes conditions.

Lors du suivi du courant passant dans l’éprouvette, un saut de courant est observé autour des 0,6 mm de déplacement de la traverse (et une contrainte de 900 MPa), et cette élévation est maintenue dans le temps. Ce saut et ce maintien sont caractéristiques de l’apparition et la stabilisation de piqûres selon [Dai et al., 2022].

Dans ce cas de figure, l’utilisation d’un potentiel électrochimique force un couplage entre les phénomènes de corrosion et le comportement mécanique du matériau (couplage discuté ci-après section 3.4.5).

En amont du saut de courant, le courant était affiché autour de 5×10^{-5} A et à la suite de celui-ci, il passe à 6×10^{-3} A. La vitesse de dissolution de matière pendant l’essai peut être calculé par la loi de Faraday (équation 3.1). Elle met en lien la perte de matière avec le courant reçu par le potentiostat.

$$\frac{dm(t)}{dt} = \frac{M \cdot i(t)}{z \cdot F} \quad (3.1)$$

où :

- $\frac{dm(t)}{dt}$: la vitesse de dissolution de matière (en masse) au moment t de l’essai.
- M : la masse molaire du matériau, qui ici sera supposée égale à celle du fer (56 g/mol).
- $i(t)$: le courant récupéré au niveau des électrodes du potentiostat.
- z : la valence du matériau, qui ici sera supposée égale à celle du fer (2).
- F : la constante de Faraday (96485 C/mol).

Grâce à cette loi, on peut en déduire que la vitesse de dissolution de matière augmente fortement au moment du saut, en passant de $7,6 \times 10^{-7}$ à $1,1 \times 10^{-4}$ g/min. En considérant la masse volumique de l’acier inoxydable super duplex égale à 7800 kg/m^3 et que la dissolution de matière est très majoritairement présente au niveau de la zone utile de l’éprouvette (hypothèse tirée de l’observation de la figure 3.32), les 1000 minutes passées avant le saut de courant ont provoqué une perte de 0,23% du volume de la partie utile. 500 minutes après ce saut (soit la moitié du temps précédemment écoulé en plus), un volume total de 3,76% de la zone utile a été dissout, soit une dissolution de matière 15 fois plus importante en deux fois moins de temps.

3.4.5 Analyse des éprouvettes post-essai

Les faciès de rupture des éprouvettes, en acier 2507 fabriquées par procédé LP-DED brut de fabrication et testées dans les conditions sans potentiel imposé, observés au MEB sont présentés figure 3.30. Dans les trois cas : air (figure 3.30(a)), 1M NaCl à température ambiante (figure 3.30(b)) et 90°C (figure 3.30(c)), les faciès sont très similaires et ressemblent à faciès de traction classique avec une rupture purement ductile. Ces observations semblent indiquer qu'aucun effet du milieu (solution 1M NaCl à température ambiante ou 90°C) n'est induit et donc que les phénomènes de corrosion et de couplage corrosion-mécanique sont négligeables.

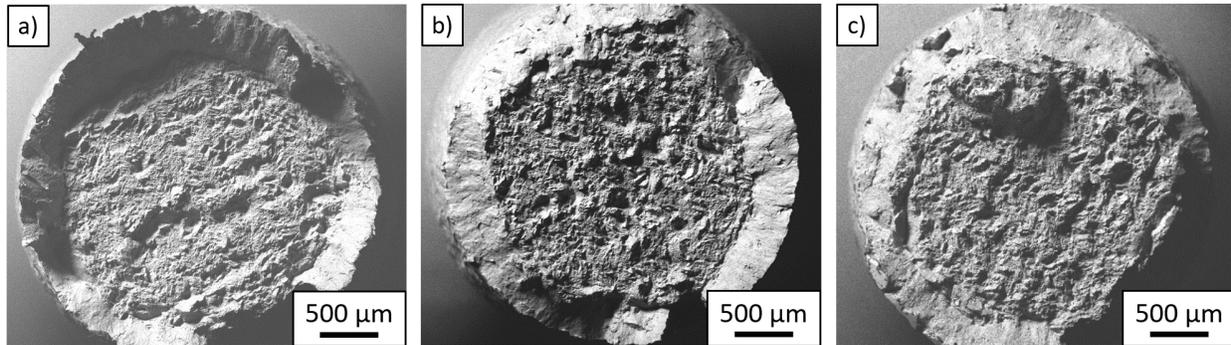


FIGURE 3.30 – Fractographies (obtenues au MEB) d'éprouvettes fabriquées par procédé LP-DED brut de fabrication après des essais de CSC (a) à l'air libre et dans une solution avec 1M de NaCl à (b) température ambiante et (c) 90°C sans potentiel imposé.

L'effet obtenu est clairement différent sur l'éprouvette ayant subi l'essai de corrosion sous contrainte dans la solution 1M NaCl à 90°C avec un potentiel imposé de +200 mV/ECS. Les figures 3.31 et 3.32 montrent une corrosion du matériau bien visible. De nombreuses zones corrodées à la surface de l'éprouvette sont apparues sur toute la partie immergée de l'éprouvette (figure 3.32).

En étudiant le faciès de rupture (figure 3.31), différentes zones peuvent être identifiées. Tout d'abord, l'amorce principale (en jaune sur la figure 3.31(b)) est bien observable. Elle est composée d'un gradient d'effet : une région très corrodée proche de la surface de l'éprouvette (figure 3.33(a)), puis un couplage entre les effets de la contrainte mécanique et les conditions environnementales induites par l'essai (figure 3.33(b)) et en fond d'amorce une séparation nette (figure 3.33(c)) avec la zone de rupture finale.

La rupture finale, indiquée en bleu sur la figure 3.31(b), montrent à la fois des zones fragiles et ductiles illustrées figures 3.33(c) et 3.33(d).

En parallèle de l'amorce principale, d'autres endroits sur le pourtour de l'éprouvette portent des traces d'attaques électro-chimiques (en rouge sur la figure 3.31(b)). Certaines se sont concentrées à rester en surface comme sur les figures 3.34(a) et 3.34(b), avec une matière très "mâchée" par l'attaque encore visible.

Pour d'autres, elles ont initié des amorces secondaires, colorées en vert sur la figure 3.31(b). Sur celles-ci, il peut être observé que même une fois infiltrée dans l'éprouvette, des résidus de la surface initiale de l'éprouvette peuvent toujours être visibles (figures 3.34(c) et 3.34(d)). Cette couche restante est trop épaisse pour être identifiée comme étant le film passif, qui lui est connu pour être épais de quelques nanomètres [Lin et al., 1981]. Ceci représenterait plutôt une accentuation de piqûres dites "latérales" (présentées section 3.3.1)

Cette ouverture sur la corrosion sous contrainte a montré la très bonne tenue de l'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED brut de fabrication. En effet, l'apparition du phénomène de couplage entre la sollicitation mécanique et l'environnement n'intervient que pour un environnement particulièrement sévère, avec en plus d'une température de 90°C pour la solution, un potentiel imposé de +200mV/ECS. Dans ce cas, l'activité du milieu se manifeste en entrée de l'amorce principale, mais aussi par de nombreuses zones en proche surface de l'éprouvette. L'observation du phénomène mérite cependant une étude plus approfondie pour pouvoir en préciser ces conclusions.

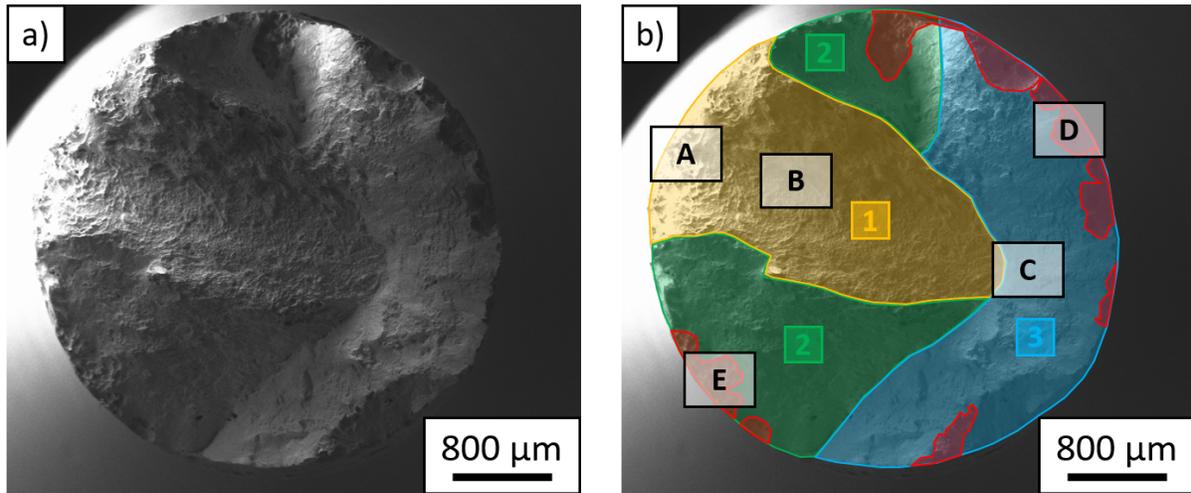


FIGURE 3.31 – Fractographie (obtenue au MEB) d’une éprouvette fabriquée par procédé LP-DED brut de fabrication après un essai de CSC dans une solution avec 1M de NaCl à 90°C avec un potentiel imposé de +200 mV/ECS : (a) cliché simple et (b) avec indications. En jaune (1) : amorce principale; en vert (2) : amorces secondaires; en bleu (3) : rupture finale; en rouge (autre) : attaque du milieu sur l’éprouvette. Les lettres représentent les emplacements des zooms exposés dans les autres figures de cette partie.

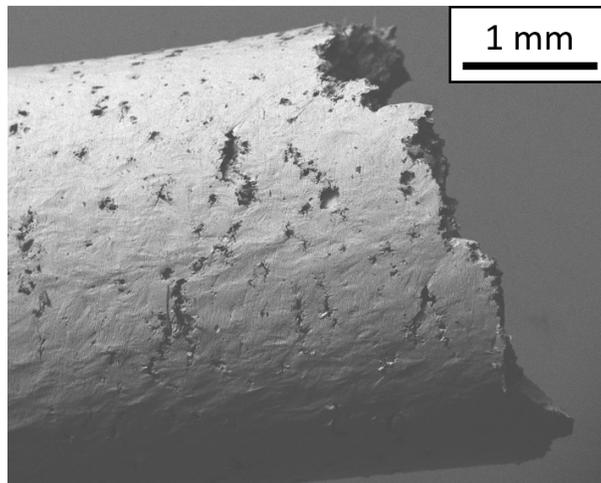


FIGURE 3.32 – Cliché au MEB de la surface extérieure d’une éprouvette fabriquée par procédé LP-DED brut de fabrication après un essai de CSC dans une solution avec 1M de NaCl à 90°C avec un potentiel imposé de +200 mV/ECS.

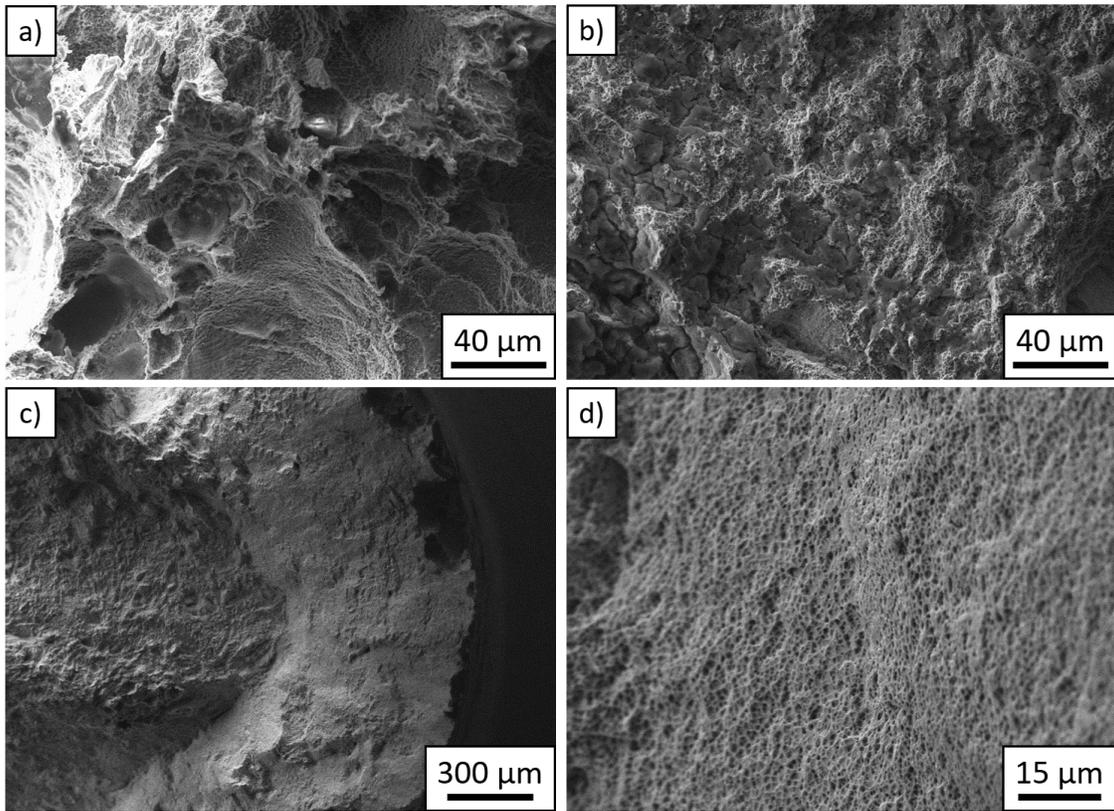


FIGURE 3.33 – Zoom sur les emplacements (a) A : Entrée de l’amorce principale par l’effet de la corrosion, (b) B : Gradient d’effets couplés entre la traction et la corrosion et (c-d) C : Rupture finale.

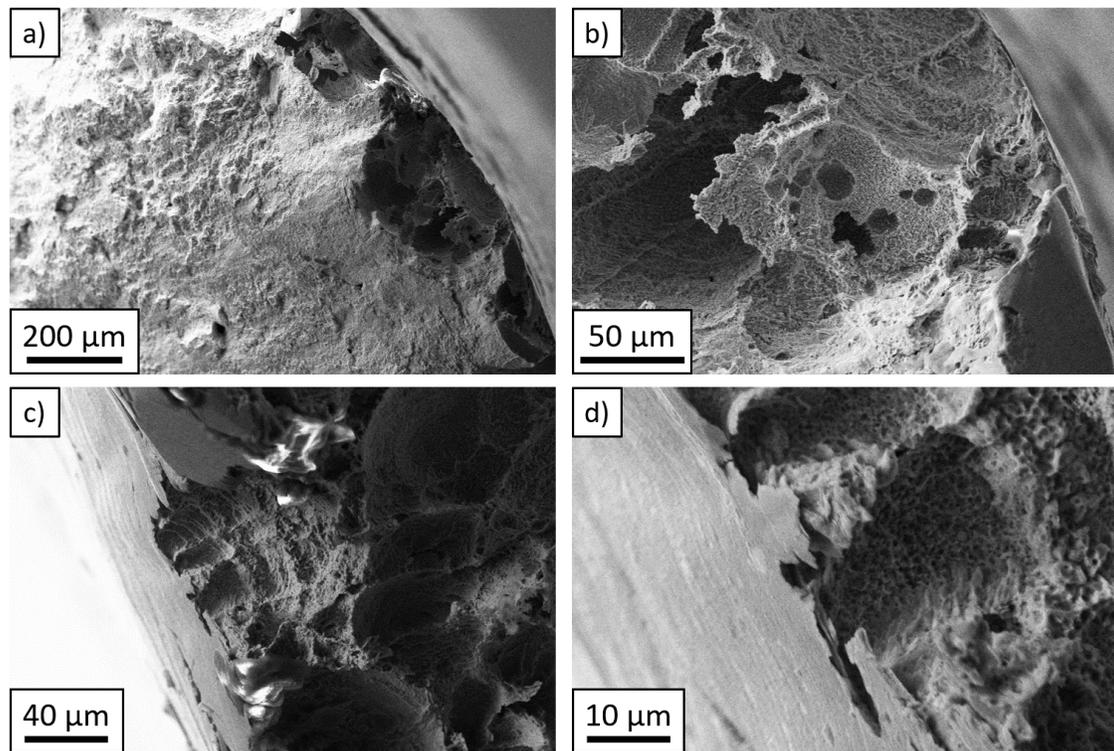


FIGURE 3.34 – Zoom sur les emplacements (a-b) D et (c-d) E : zones attaquées par le milieu mais n’ayant pas amenées directement à la rupture de l’éprouvette.

3.5 Conclusion du chapitre

L'objectif de ce chapitre était de comprendre l'influence de la microstructure, elle-même impactée par le procédé de fabrication et l'éventuel traitement thermique appliqué, sur les propriétés en corrosion de l'acier inoxydable super duplex 2507.

La tenue à la corrosion par piqûration de l'acier inoxydable super duplex 2507 est très bonne, comme en témoigne les essais réalisés à température ambiante dans une solution 1M NaCl. En effet, lors de ces essais de polarisation potentiodynamique, tous les matériaux étudiés ont conduit à la transpassivation, démontrant ainsi une résistance à la corrosion par piqûration similaire à 20°C.

À 90°C par contre, le comportement à la corrosion par piqûration varie en fonction du couple "procédé - traitement thermique" utilisé pour fabriquer le matériau. L'acier forgé possède la plus faible résistance à la corrosion par piqûre, devancé par les échantillons LP-DED traités thermiquement, et le produit brut de fabrication par procédé LP-DED qui montre les meilleures capacités résistives dans ce contexte. Parmi les matériaux LP-DED traités thermiquement, un classement de la résistance à la corrosion par piqûration peut être effectué dans l'ordre inverse de la proportion de ferrite dans le matériau. Ce constat est applicable au matériau forgé, mais pas au matériau LP-DED brut de fabrication.

La répartition des éléments dans chacune des phases en fonction du procédé et du traitement thermique en est la cause principale. Pour l'acier brut issu de fabrication additive LP-DED, les éléments d'alliage sont répartis de façon très homogène et équitable entre les phases ferritique et austénitique. À contrario, le reste des matériaux étudiés montrent des différences de teneurs des éléments entre les phases qui semblent en lien avec la proportion de ferrite/austénite dans le matériau.

Ces répartitions des éléments influencent forcément le PREN spécifique à chaque phase. Selon plusieurs articles [Weber and Uggowitzer, 1998, Zhang et al., 2009], la tenue à la corrosion par piqûration d'un acier inoxydable (super) duplex est intimement liée au PREN spécifique le plus faible (entre les deux phases). Ces observations concordent avec les résultats de l'étude. En effet, l'ordre des matériaux ayant les valeurs de PREN spécifiques les plus faibles correspond au classement des matériaux selon leur potentiel de piqûre dans une solution de 1M NaCl à 90°C.

L'étude démontre donc que les variations de la microstructure, telles que la proportion de phase, entraînent des modifications dans la distribution des éléments de chaque phase. De plus, il a été montré que la résistance à la corrosion par piqûration est directement corrélée à la plus faible valeur de PREN spécifique. Étant donné que la répartition des éléments influence le calcul du PREN de chaque phase, il est clair que la microstructure joue un rôle crucial dans la résistance à la corrosion par piqûre.

Les essais de corrosion réalisés sous contrainte mécanique mettent aussi en évidence les bonnes propriétés de l'acier inoxydable super duplex 2507 brut de fabrication LP-DED en corrosion sous contrainte. En effet, peu de différences sont observables entre un essai à l'air et un essai dans un milieu sévère (1M NaCl à 90°C). Pour observer un effet de l'environnement corrosif dans les conditions d'essais (vitesse de déformation de 10^{-6}s^{-1}), il est nécessaire de forcer la piqûration par l'application d'un potentiel anodique pendant les essais. Lorsqu'un potentiel de +200mV/ECS est appliqué, on observe que l'éprouvette est bel et bien impactée par une sollicitation mécanique et environnementale.

Cependant, avec un potentiel aussi élevé imposé tout au long de l'essai, les observations font état d'une dissolution de matière importante, ce qui rend compliqué l'évaluation de l'impact des piqûres sur l'essai de traction monotone en environnement sévère. Plusieurs perspectives peuvent être envisagées pour évaluer la tenue à la corrosion sous contrainte du matériau, comme diminuer le potentiel imposé, arrêter d'imposer un potentiel lorsqu'une augmentation significative de courant a lieu (synonyme d'apparition de piqûres), ou encore diminuer la vitesse de déformation.

Il serait intéressant de poursuivre cette étude préliminaire (sur la corrosion sous contrainte) avec la réalisation de mêmes essais sur les aciers forgés et produits par procédé LP-DED et traités thermiquement, de sorte à effectuer une comparaison semblable à celle effectuée dans l'étude de la corrosion par piqûration.

Chapitre 4

Étude de la résistance à la fatigue à grand nombre de cycles

4.1 Introduction

Lors de la caractérisation d'un matériau, l'une des propriétés mécaniques discutées, en complément de celles exposées dans le chapitre 2, concerne la résistance à la fatigue, un phénomène dont l'étude remonte à près de deux siècles.

La fatigue se définit selon [Maitournam, 2017] comme "les détériorations des propriétés mécaniques qui apparaissent dans les matériaux (ou structures) soumis à des sollicitations variables, dégradations conduisant le plus souvent à la fissuration puis à la rupture". En terme de sollicitations, beaucoup de choses sont possibles, que ce soit en fonction de l'environnement (la marée, les rafales de vent, les écarts de température à l'échelle d'une journée ou d'une année, etc...), ou de l'utilisation (rotation d'un arbre de transmission, usage de pièces d'assemblages, etc...). La fatigue intervient au niveau de la matière tout d'abord par un stade dit d'amorçage, avec l'apparition de micro-fissures (de l'ordre de grandeur du grain ou en deçà), puis de propagation (d'abord imperceptible), puis de coalescence (devenant visible macroscopiquement), et enfin de ruine (ou rupture finale brutale).

Le présent chapitre aborde la fatigue polycyclique (terme défini dans la section 4.2.2) sous chargement de traction-compression, avec pour objectif d'examiner l'influence de la microstructure et de la porosité sur la résistance à la fatigue à 2 millions de cycles de l'acier inoxydable super duplex 2507. Après une revue du phénomène de fatigue et des travaux réalisés jusqu'à présent en fabrication additive à ce sujet, les résultats des campagnes d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues sont exposés. Enfin, le protocole d'essai d'auto-échauffement est présenté et les résultats obtenus avec ce type d'essai sont comparés à ceux issus des campagnes Staircase.

4.2 État de l'art

Cet état de l'art s'articule en trois parties. D'abord, un retour historique sur les défaillances que peut provoquer le phénomène de fatigue ainsi que les premiers travaux menés sur ce phénomène (jusqu'au début du 20^{ème} siècle) sont abordés. Ensuite, le terme de fatigue et les méthodes mises en place dans ce manuscrit pour en connaître plus sur la tenue à la fatigue des matériaux étudiés sont discutés. Pour finir, un bilan des travaux de la littérature sur l'étude de la fatigue à grand nombre de cycles des aciers inoxydables imprimés est réalisé.

4.2.1 Histoire de la fatigue

Il convient de noter que la fatigue, en tant que phénomène de ruine, a été responsable de nombreux incidents et défaillances, en particulier à partir de la révolution industrielle, soit en Europe au cours du 19^{ème} siècle. En effet à cette époque de nombreuses machines voient le jour, et avec elles l'avènement de la répétition des tâches et donc des sollicitations. L'un des premiers exemples qui mit en lumière ce phénomène est l'accident du train reliant Versailles à Paris en 1842. Deux ans après les débuts de la ligne, le train dérailla et cet accident causa la mort de dizaines de victimes. Il est alors considéré comme la première catastrophe ferroviaire en France à cause de son bilan humain et éveilla quelque peu le monde sur le problème, encore

non-identifié, qu'est la fatigue. Depuis lors, de nombreux systèmes mécaniques ont connu des défaillances liées à la fatigue. Dans divers secteurs industriels, des exemples de telles défaillances sont toujours d'actualité. Par exemple, dans l'industrie automobile, des composants tels que les bielles, vilebrequins, pistons ou pièces de suspension, composés de matériaux différents, peuvent être touchés par ce phénomène [Beaumont, 2013, Le, 2016, Pierron, 2018]. Pour revenir sur le secteur ferroviaire, les rails et les essieux sont des éléments susceptibles d'être affectés par la fatigue [Taraf, 2008, Roux, 2016]. Quant au secteur aéronautique, les aubes de turbines et de compresseurs sont sujettes à ces risques [Cadel, 2019], comme en témoigne un incident survenu en 2006 où un disque de turbine haute pression a cédé dans l'un des moteurs CF6 d'un Boeing 767.

Les recherches sur le phénomène de fatigue ont débuté simultanément à l'apparition des problèmes associés. Sans être exhaustif, voici quelques étapes franchies depuis la révolution industrielle jusqu'au début du 20^{ème} siècle :

- Albert, ingénieur allemand des mines, réalise en 1829 ce qui s'apparente aux premiers essais de fatigue répertoriés sur des chaînes en fer de puits miniers [Schütz, 1996].
- En 1839, l'ingénieur français Poncelet devient la première personne à utiliser le terme "fatigue" pour décrire l'endommagement des matériaux métalliques sous sollicitations cycliques, notamment au travers des moteurs, dans son ouvrage "Mécanique Industrielle" [Poncelet, 1839].
- L'écossais Rankine montre lui en 1843 que l'accident du train Paris-Versailles intervenu un an plus tôt est dû à un phénomène de fatigue accentué par des concentrations de contraintes importantes. Il publia aussi un article plus général sur la prévention des accidents ferroviaires la même année [Rankine, 1843].
- Entre 1858 et 1870, Wöhler, un désormais très connu ingénieur ferroviaire allemand, travailla sur des sollicitations cycliques uniaxiales à valeur moyenne nulle sur différents aciers [Wöhler, 1870]. Les premiers essais qu'il réalisa furent des essais de flexion rotative sur des essieux de train pour imiter les sollicitations subies en fonctionnement (figure 4.1(a)). Cet ensemble de travaux permirent de définir une courbe de tenue à une contrainte cyclique appliquée en fonction du nombre de cycles effectués : la courbe S-N, aussi appelée courbe de Wöhler (figure 4.1(b)). Avec celle-ci, le concept de limite d'endurance est aussi établi. Elle correspond à la valeur asymptotique de la contrainte admissible par un matériau à très grand nombre de cycles. Ses travaux furent entre autres exposés lors de l'exposition universelle à Paris en 1867 [Wöhler, 1867].
- Jusqu'au début du 20^{ème} siècle, des travaux sont menés sur l'influence de la valeur moyenne du chargement avec Gerber [Gerber, 1874], Goodman [Goodman, 1899, Goodman, 1914] ou Haigh [Haigh, 1917], et des lois issues d'approches empiriques virent le jour comme la loi de Basquin en 1910 [Basquin, 1910] ou de Stromeyer en 1914 [Stromeyer, 1914].

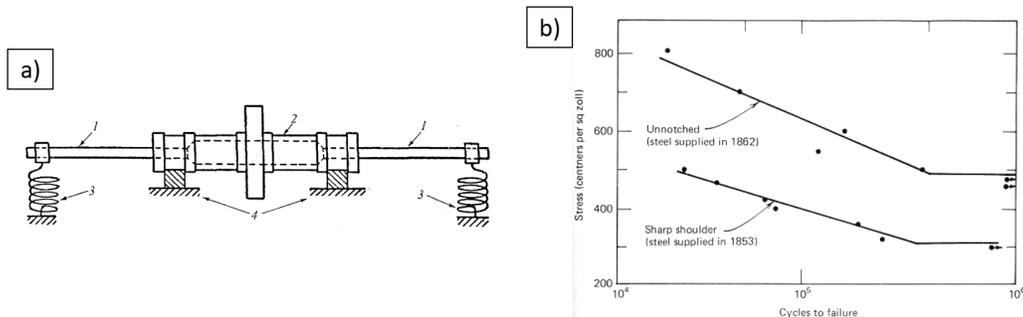


FIGURE 4.1 – (a) Montage expérimental de Wöhler utilisé pour déterminer la charge admissible pour un essieu en service (avec 1 : demi-essieu et 2 : rotor) et (b) une des premières courbes contrainte-nombre de cycles à rupture tracée pour des aciers [Wöhler, 1867].

4.2.2 Définitions et cadre de l'étude

Dans le cadre de ce qui va être présenté par la suite, le terme "fatigue" est associé à la fatigue mécanique. La particularité est qu'elle prend uniquement en compte les contraintes et déformations au niveau des sollicitations admises. À l'intérieur de ce terme deux grands domaines peuvent être identifiés.

Le premier est le domaine de fatigue oligocyclique. Cette fatigue est aussi qualifiée comme "à faible nombre de cycles", d'où la traduction anglaise de "Low Cycle Fatigue" (LCF). Elle intervient lorsque le matériau présente un comportement élastoplastique macroscopique et cyclique. La rupture dans les métaux arrive généralement entre une centaine et quelques dizaines de milliers de cycles ($10^2 - 10^5$ cycles).

Le second est identifié comme issu de la fatigue à grand nombre de cycles (ou polycyclique), et est rapportée en anglais par l'acronyme HCF pour "High Cycle Fatigue". Contrairement à la fatigue oligocyclique, la fatigue polycyclique n'est pas induite par de la macroplasticité dans le matériau, mais provient de microplasticité localisée à l'échelle de quelques grains. Cette microplasticité associée à des défauts, du clivage et/ou du cisaillement dans les grains, amène à la ruine de la matière mais dans un processus plus lent. La rupture des matériaux métalliques soumis à ce genre de fatigue intervient ainsi à partir de quelques dizaines de milliers de cycles. Certaines personnes font la distinction entre la fatigue à grand nombre de cycles (HCF) et à très grand nombre de cycles (VHCF pour "Very High Cycle Fatigue") en fonction des plages de cycles concernées (et lorsqu'un nouveau mécanisme d'amorçage est mis en évidence) : entre 10^5 et 10^7 cycles pour la première et entre 10^7 et 10^9 pour la seconde.

Dans l'industrie, la notion de limite de fatigue associée à une structure peut permettre de définir une zone de chargement qualifiée d'endurance illimitée. Cette limite correspond au niveau de sollicitation pour lequel la structure reste intacte pendant toute la durée de vie de l'ensemble dans lequel elle est intégrée. Il est important de souligner que cette notion ne représente pas la vraie limite d'endurance illimitée du matériau utilisé pour fabriquer la structure, mais plutôt une limite d'endurance pour un nombre défini de cycles à la discrétion du concepteur. En effet, tous les matériaux ne possèdent pas forcément un domaine d'endurance illimitée, il n'est donc pas toujours approprié de l'exprimer ainsi. Ces observations sont corroborées par Bathias [Bathias, 1999], qui en compilant divers travaux, met en avant que de nombreux métaux tels que les alliages de titane, d'aluminium, de nickel et certains aciers ne présentent pas de domaine d'endurance illimitée, ou que celui-ci se situe au-delà du nombre de cycles actuellement considéré (au-delà de $10^8 - 10^{10}$ cycles).

Pour déterminer une limite de fatigue à un nombre de cycles défini, notamment dans le domaine de la fatigue polycyclique, il existe entre autres deux méthodes qui ont contribué aux travaux de cette thèse :

- L'analyse d'une campagne Staircase d'essais de fatigue avec rechargement des éprouvettes non-rompues.
- L'analyse de l'auto-échauffement sous sollicitations cycliques.

La première (réalisation d'une campagne Staircase avec rechargement des éprouvettes non-rompues) est issue d'un processus de diminution du nombre d'éprouvettes de la méthode Staircase qu'il convient alors de définir.

La méthode Staircase, aussi appelée méthode de l'escalier ou "the up and down method" par ses créateurs, est initialement développée par Dixon et Mood [Dixon and Mood, 1948], puis encadrée par des organismes de normalisation notamment avec la norme [ISO :12107, 2012]. Cette approche est répandue en raison de sa simplicité de mise en œuvre et du nombre limité d'éprouvettes nécessaires lorsqu'il s'agit uniquement de déterminer la limite d'endurance pour un nombre de cycles fixé N_{ref} , par opposition à l'établissement complet d'une courbe de Wöhler (en général environ 25 essais). Toutefois, il convient de noter qu'elle est recommandée uniquement si l'objectif est de définir une limite pour un nombre spécifique de cycles N_{ref} (ce qui peut être le cas en milieu industriel), mais elle ne permet en aucun cas d'obtenir le comportement complet en fatigue d'un matériau.

De l'autre côté, une méthode singulière émerge au début du 20^{ème} siècle. Stromeyer en 1914 reprend les travaux effectués par Wöhler en 1860 sur l'étude de la fatigue pour faire progresser la recherche dans ce domaine avec des matériaux sollicités en flexion rotative et en torsion [Stromeyer, 1914]. Durant ces essais, il mesure à partir d'un montage spécifique (figure 4.2) enrobant d'eau l'éprouvette, la température à différentes positions de l'eau.

L'eau, maintenu à débit constant dans le montage, parcourt le dispositif de l'entrée I à la sortie O (cf. figure 4.2). La température de l'eau est mesurée en ces deux points, et l'observation faite par le chercheur est qu'un différentiel de température apparaît à partir d'un certain niveau de sollicitation, dû à une élévation de la température de sortie induite par un échange thermique entre l'eau et l'éprouvette sollicitée cycliquement. Stromeyer associe alors le premier palier de contrainte entraînant une augmentation significative du différentiel de température comme la limite de fatigue du matériau. Après comparaison avec la limite de fatigue déterminée à l'aide d'une expression empirique qu'il extrapole à partir de la contrainte et du nombre de cycles à rupture, il obtient une corrélation très encourageante entre les deux méthodes. Cette formule est donnée par :

$$\pm S_n = Fl + C \times \left(\frac{10^6}{N} \right)^{\frac{1}{4}}, \text{ avec : } \begin{cases} S_n \text{ l'amplitude de contrainte alternée} \\ Fl \text{ la limite de fatigue extrapolée} \\ C \text{ un coefficient relatif à l'endurance du matériau} \\ N \text{ le nombre de cycles jusqu'à rupture} \end{cases}$$

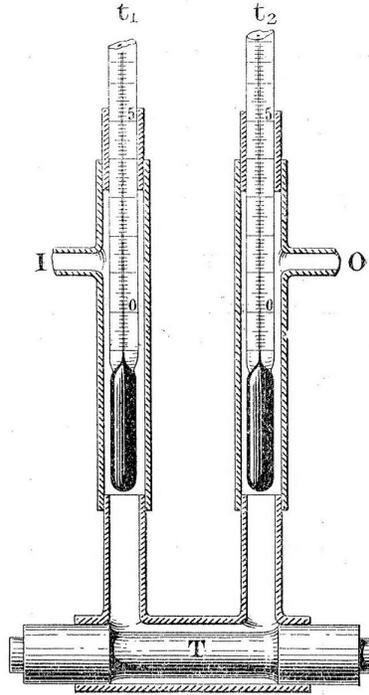


FIGURE 4.2 – Montage expérimentale de Stromeier utilisé pour mesurer un différentiel de température lors des travaux en flexion rotative [Stromeier, 1914].

À la suite de cette avancée, Moore et Kommers mènent en 1921 ce que l'on peut apparenter aux premiers essais d'auto-échauffement tels qu'il sont actuellement réalisés [Moore and Kommers, 1921]. En effet, ils appliquent une série de blocs de chargement, avec une contrainte augmentant à chaque palier : la température est relevée à la fin de chaque niveau pour définir les premières courbes d'auto-échauffement, traçant l'élévation de température en fonction du palier de contrainte. La limite d'endurance est alors associée à l'élévation brusque de la courbe (à la différence de Stromeier qui prenait la première contrainte impliquant une évolution de température). Une bonne corrélation entre cette limite et celle déterminée par caractérisation classique est aussi observée.

Dans la même décennie, Lehr met en avant l'apparition d'un échauffement de l'éprouvette et l'ouverture des boucles d'hystérésis au fur et à mesure de l'essai [Lehr, 1926]. Ces boucles d'hystérésis apparaissent pour un chargement compris entre la limite de fatigue et la limite élastique macroscopique.

Après ces découvertes et malgré des discussions quant à la définition même de la limite d'endurance (premier niveau de contrainte faisant apparaître une élévation de température mesurable, changement brusque sur l'allure de la courbe, fonction du comportement asymptotique, etc..), une longue période de désintérêt pour l'auto-échauffement commence alors. Il existe certes quelques ouvrages traitant du sujet dont [Welter, 1937], mais les méthodes de mesure encore complexes à mettre en œuvre ou peu fiables ne permettent pas de grandes avancées avant les années 1980.

Le tournant apparaît aux alentours des années 1980 et il est dû au développement de l'imagerie infrarouge (IR), nouvelle technique de mesure de température pleine de promesses. Les essais d'auto-échauffement reviennent alors peu à peu sur le devant de la scène, avec la volonté de caractériser le comportement en fatigue des matériaux de façon rapide, toujours à partir d'analyses empiriques, et pour différents types de sollicitations.

4.2.3 Travaux menés sur les aciers inoxydables élaborés par fabrication additive

En terme de nombre d'études publiées, bien moins de travaux ont été menés sur des études de fatigue de matériaux élaborés par fabrication additive que fabriqués par procédés conventionnels. Plusieurs raisons peuvent en être la cause, comme le fait que le développement de ce type de procédés reste très récent ou encore que le temps de fabrication des éprouvettes reste relativement long comparé aux procédés plus conventionnels. Parmi les procédés de fabrication additive, le plus représenté dans les articles est le procédé L-PBF, notamment lorsque l'on s'intéresse spécifiquement aux aciers inoxydables. Le tableau 4.1 fait un état des lieux de ce qui a été étudié (à la connaissance de l'auteur) sur des aciers inoxydables en fabrication additive, avec pour certains cas des comparaisons avec des procédés plus conventionnels tels que le laminage ou le moulage. Dans ce tableau, les données retranscrites sont :

- Le rapport de charge : $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$;
- La limite de fatigue à N_{cycle} cycles : Σ_D ;
- Un indicateur de la pente de la courbe de Wöhler autour de N_{cycle} cycles : $b = \left| \frac{1}{B} \right|$ tel que la courbe de Wöhler autour de N_{cycle} cycles suit la relation de Basquin $\sigma = A \cdot N^B$ [Basquin, 1910] ;
- La proportion d'austénite : % γ .

Bien que les composantes "matériau" et "procédé" sont parfois très différentes, quelques constats peuvent être tirés de ces études.

Tout d'abord, les travaux de [Sales et al., 2021] et [Smith et al., 2019] montrent une anisotropie dans les réponses en fatigue pour les aciers inoxydables bruts de fabrication par certains procédé d'impression 3D (ici WAAM et LP-DED). Pour le premier, cela proviendrait d'une évolution spécifique de la microstructure, due aux cycles thermiques successifs appliqués sur le volume fabriqué amenant à la croissance d'austénite secondaire préférentiellement dans un seul plan. Pour l'acier inoxydable 304L, [Smith et al., 2019] mettent en avant l'effet de la porosité dans la matière. En passant d'une densité de matière de plus de 99% pour les échantillons dont la "Build direction" (cf. figure 2.8) est confondue avec l'axe de sollicitation (longitudinal) à environ 97% pour les autres échantillons dont la direction principale est une "Print direction" (transverse), les propriétés en fatigue chutent. En effet, les valeurs des niveaux de contraintes alternées limite de fatigue sont les mêmes pour un nombre de cycles divisé par deux entre le lot d'éprouvettes "transverses" (10^5 cycles) et "longitudinales" ($5 \cdot 10^4$ cycles).

Lorsque l'on compare un acier duplex fabriqué selon des méthodes conventionnelles avec celui produit par fabrication additive, il est nécessaire de prendre certaines précautions. Bien que les couples "2205 - L-PBF" ou "2507 - L-PBF" soient identifiés comme moins performants que leurs homologues laminés ou moulés [Polák, 2005, Kunz et al., 2020], cette observation n'est pas généralisable à d'autres procédés de fabrication additive. En effet, la microstructure d'un acier duplex est fortement influencée par la vitesse de refroidissement subie, laquelle varie considérablement selon les procédés de fabrication additive et même les machines ou substrats utilisés (voir la section de discussion 2.2 et le tableau 2.1). Bien que la proportion d'austénite ne soit pas spécifiée pour les produits issus de la L-PBF, elle est probablement très faible (<5%, voir tableau 2.2) par rapport aux matériaux conventionnels. Cette caractéristique revêt une grande importance, comme déjà souligné dans le chapitre 2, quant à son influence sur les propriétés matériau obtenues.

Les études présentées montrent tout de même une influence, pouvant être importante, du procédé de fabrication et du traitement thermique de la matière post-fabrication [Polák, 2005, Leuders et al., 2014, Kunz et al., 2020]. Ces écarts sont créés sur la limite de fatigue autour de 2 millions de cycles mais aussi sur la valeur de la pente de Basquin. Par exemple pour la variation de la limite de fatigue, [Kunz et al., 2020] reportent une valeur quasiment doublée entre le brut de fabrication 2205 et la même matière traitée thermiquement ou même obtenue par moulage. De même pour l'indicateur de la pente de Wöhler (b) autour du million de cycles dans [Leuders et al., 2014] qui est plus que multiplié par deux après l'application d'un traitement de compression isostatique à chaud (CIC). Ce dernier résultat est logique car un traitement CIC implique une fermeture des pores et rend la matière plus dense [Liverani et al., 2020, Mclean et al., 2022].

Dans ce chapitre, seule la limite d'endurance à 2 millions de cycles pour l'acier inoxydable super-duplex 2507 sous différentes configurations de fabrication (voir section 4.3.1) est étudiée. Pour une question de simplification et de lisibilité, les appellations "limite de fatigue" et "limite d'endurance" seront utilisées dans la suite pour parler spécifiquement de la limite de fatigue à 2 millions de cycles.

Procédé	Matériau & Post-traitement	R	Σ_D (à N_{cycles})	b (à N_{cycles})	% γ	Référence
Laminage	2205 - Aucun	-1	321 ($2 \cdot 10^6$)	12,9 (10^6)	34 %	[Polák, 2005]
Laminage	2507 - Aucun	-1	379 ($2 \cdot 10^6$)	13,8 (10^6)	46 %	
WAAM (transverse)	ER2594 - Aucun	0,1	315 ($2 \cdot 10^6$)	-	57 %	[Sales et al., 2021]
WAAM (longitudinal)	ER2594 - Aucun	0,1	175 ($2 \cdot 10^6$)	-	57 %	
L-PBF	2205 - Aucun	-1	203 ($2 \cdot 10^6$)	4,8 ($2 \cdot 10^6$)	-	[Kunz et al., 2020]
L-PBF	2205 - 1050°C-3h	-1	372 ($2 \cdot 10^6$)	7,1 (10^6)	36,2 %	
L-PBF	2205 - CIC & 1050°C-3h	-1	470 ($2 \cdot 10^6$)	13,4 (10^6)	39,5 %	
Moulage	2205 - 1050°C-3h	-1	367 ($2 \cdot 10^6$)	11,5 ($2 \cdot 10^6$)	57 %	
L-PBF	2507 - Aucun	-1	380 ($2 \cdot 10^6$)	6,0 ($2 \cdot 10^6$)	-	
L-PBF	2507 - 1050°C-3h	-1	450 ($2 \cdot 10^6$)	7,3 ($5 \cdot 10^5$)	43,3 %	
L-PBF	2507 - CIC & 1050°C-3h	-1	470 ($2 \cdot 10^6$)	9,6 (10^6)	43,3 %	
L-PBF	316L - Aucun	-1	260 ($2 \cdot 10^6$)	10-15 (10^6)	-	
L-PBF	316L - 650°C-2h sous argon	-1	255 ($2 \cdot 10^6$)	10-15 (10^6)	-	
L-PBF	316L - CIC sous argon	-1	270 ($2 \cdot 10^6$)	30-40 (10^6)	-	
LP-DED (longitudinal)	304L - Aucun	0,1	300 (10^5)	7,7 (10^5)	-	[Smith et al., 2019]
LP-DED (transverse)	304L - Aucun	0,1	300 ($5 \cdot 10^4$)	7,7 ($4 \cdot 10^4$)	-	

TABLEAU 4.1 – Comparaison des propriétés en fatigue issues de travaux sur un matériau et/ou procédé similaire à ceux étudiés dans cette thèse.

4.3 Propriétés en fatigue analysées à partir de campagne d’essais Staircase

Dans cette section, la limite de fatigue à 2 millions de cycles est déterminée pour les aciers inoxydables super duplex 2507 produits par forgeage et par procédé LP-DED, brut de fabrication et traités thermiquement à 1200°C pendant trois heures, à l’aide de campagnes d’essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues. En outre, une analyse plus approfondie est menée sur le cas de l’acier imprimé et brut de fabrication, mettant en avant les différents types de défauts initiant la rupture de fatigue ainsi que leur incidence sur cette dernière. En amont de cela, les protocoles de réalisation, de dépouillement et d’analyse des essais sont présentés, accompagnés d’un historique sur le développement de ce type de campagne d’essais.

4.3.1 Fabrication des éprouvettes de fatigue

Pour les éprouvettes de fatigue issues de la fabrication additive, des cylindres de 145 mm de haut et d’un diamètre de 15 mm sont réalisés de manière à ce que l’axe de révolution du cylindre soit parallèle à l’axe de fabrication (perpendiculaire au substrat).

Ces cylindres sont séparés du substrat, puis traités thermiquement suivant la configuration étudiée selon le même protocole qu’explicité dans la section 2.3.5. Seule la température de maintien de 1200°C est étudiée ici, les autres traitements thermiques n’ont pas été effectués dans cette partie de l’étude car ils présentent des similitudes importantes en terme de résistance à la traction et en dureté notamment. Le traitement à 1200°C pendant 3 heures présente par ailleurs une microstructure très proche du forgé 50-50 entre la ferrite et l’austénite et un diamètre moyen de grains très proche du forgé pour chacune des phases.

Pour l’acier forgé, les cylindres de mêmes dimensions sont extraits d’un barreau de telle sorte que l’axe du cylindre soit parallèle à l’axe de forgeage du barreau.

Tous les cylindres sont ensuite usinés suivant le plan présenté figure 4.3, avec une zone utile de 16 mm de longueur et de 6 mm de diamètre. Une finition par polissage au papier SiC #1200 est finalement effectuée afin d'obtenir des éprouvettes avec un état de surface semblable et maîtrisé.

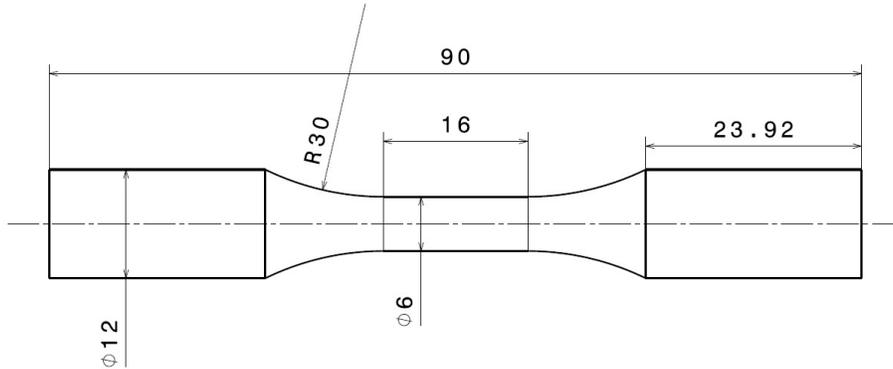


FIGURE 4.3 – Plan des éprouvettes de fatigue (en mm).

4.3.2 Protocole expérimental et paramètres d'essai

La réalisation d'une campagne Staircase classique se déroule de la façon suivante. On définit d'abord :

- Un nombre de cycles N_{ref} pour lequel la limite d'endurance est recherchée ;
- Un rapport de charge $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$;
- Une contrainte maximale initiale σ_0 ;
- Un incrément de chargement (évolution de la contrainte maximale entre deux paliers successifs) $\Delta\sigma$ définit selon le respect de certaines consignes définies ci-après.

Une fois les paramètres de la campagne Staircase déterminés, la première éprouvette est alors sollicitée à l'amplitude de contrainte définie durant N_{ref} cycles. Si l'essai va à son terme, et donc que l'éprouvette ne rompt pas avant d'avoir atteint les N_{ref} cycles, alors la deuxième éprouvette va être elle sollicitée avec une amplitude de contrainte plus élevée (où la contrainte maximale sera de $\sigma_0 + \Delta\sigma$). Dans le cas inverse (où la première éprouvette rompt avant les N_{ref} cycles), la deuxième éprouvette sera sollicitée à une amplitude de contrainte plus faible, avec une contrainte maximale de $\sigma_0 - \Delta\sigma$. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'ensemble des échantillons soient testés. Un minimum de 8 à 10 éprouvettes est vivement conseillé pour avoir une estimation de la limite moyenne (il en faut bien plus pour avoir une estimation fiable de la dispersion) [Roué et al., 2020].

La détermination des propriétés en fatigue est alors réalisée comme retranscrit dans l'article de Dixon et Mood [Dixon and Mood, 1948], qui utilise un équivalent de l'estimateur du maximum de vraisemblance. Il est supposé que la limite d'endurance des éprouvettes suit une loi normale. Les éprouvettes sont divisées en deux groupes : celles ayant rompues et celles ayant survécues aux N_{ref} cycles de sollicitation. Le groupe conservé pour la détermination de la moyenne et de l'écart-type de la limite d'endurance est celui ayant le moins d'éléments. Ce choix provient du fait qu'il limite l'impact d'un "mauvais" choix éventuel de la contrainte maximale initiale σ_0 . En effet, si elle est trop basse (élevée), alors un grand nombre d'éprouvettes survivront aux (rompront avant les) N_{ref} cycles car bien trop loin de la limite, ce qui fausserait le calcul.

Tous les paliers de chargement sont associés à une valeur i , en partant de 0 pour le plus petit niveau de contrainte subi par au moins un échantillon du groupe. Pour chaque palier i (contrainte maximale S_i), n_i représente le nombre d'éprouvettes concernées par ce palier. En partant de là, trois coefficients sont calculés :

$$A = \sum i \times n_i \quad ; \quad B = \sum i^2 \times n_i \quad ; \quad N = \sum n_i \quad . \quad (4.1)$$

Avec ces coefficients (équation 4.1) on peut ensuite calculer la limite d'endurance μ ainsi que l'écart-type σ associés définis comme

$$\begin{cases} \mu = S_0 + \Delta\sigma \left(\frac{A}{N} \pm \frac{1}{2} \right) & ; \quad -\frac{1}{2} \text{ si groupe des éprouvettes rompues étudié, } +\frac{1}{2} \text{ sinon.} \\ \sigma = 1,62 \times \Delta\sigma \left(\frac{BN - A^2}{N^2} + 0,029 \right) \end{cases} \quad (4.2)$$

Pour que les équations 4.2 soient valides il faut que le rapport entre l'incrément de chargement et l'écart-type soit compris entre 0,5 et 2, et que $\frac{BN-A^2}{N^2} > 0,3$.

Il existe d'autres méthodes d'estimation de la limite d'endurance, qui sont succinctement expliqués ci-dessous : la méthode Locati et la méthode Locati-Staircase.

La méthode Locati [Locati, 1955] utilise le concept du cumul de dommage linéaire, développé entre autres par Miner [Miner, 1945], et se base sur des hypothèses faites sur la forme de la courbe S-N. Le modèle de Basquin [Basquin, 1910] est souvent utilisé pour ces hypothèses. Chaque éprouvette subit un chargement semblable à celui effectué pour un Staircase, mais sur un nombre de cycles N_{loc} inférieur à N_{ref} . Si elle survit, l'amplitude de contrainte est augmentée d'un incrément de contrainte, et ainsi de suite jusqu'à la rupture de l'éprouvette. La limite d'endurance de chaque éprouvette (assimilée à la contrainte admissible par l'éprouvette) Σ_{D_i} est alors calculée. La moyenne μ et l'écart-type σ sont alors déterminés de façon classique, par :

$$\left\{ \begin{array}{l} \mu = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Sigma_{D_i} \quad \text{avec } n \text{ le nombre total d'échantillons testés;} \\ \sigma = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\Sigma_{D_i} - \mu)^2} \end{array} \right. \quad (4.3)$$

Un mix de deux précédentes méthodes existe aussi : la méthode Staircase-Locati. Elle consiste à effectuer un protocole Locati à la fin des éprouvettes ayant survécu lors de la campagne Staircase. L'intérêt est que chacune des deux méthodes de calculs est envisageable. En effet l'aspect Locati ne vient pas changer la démarche globale effectuée par la méthode Staircase. La comparaison entre les deux méthodes pour le matériau testé est alors possible.

De l'intégralité de l'ensemble de ces méthodes, complété par la méthode par paliers développée par Prot [Prot, 1937], est arrivé le protocole Staircase avec rechargement des éprouvettes. Cette méthode est rédigée dans un guide pour l'évaluation des tests de fatigue du Conseil International des Machines À Combustion (CIMAC) en 2009 [CIMAC, 2009]. Mise en avant notamment dans les travaux de thèse de Roué [Roué, 2020], la méthode Staircase avec rechargement des éprouvettes non-rompues est donnée comme référence pour les calculs de limite de fatigue effectués dans la suite.

L'utilisation de la stratégie de rechargement des éprouvettes non rompues a été adoptée ici dans le but de réduire le nombre d'éprouvettes à tester pour déterminer une limite de fatigue d'un matériau tout en gardant un résultat fiable. De plus, cette méthode de dépouillement permet d'utiliser les informations de l'ensemble des éprouvettes (avec un calcul de limite de fatigue spécifique à chaque éprouvette, cf. sections 4.3.3 et 4.3.4), contrairement à la variante originelle avec une campagne Staircase classique qui met de côté plus de la moitié des éprouvettes (avec la prise en compte uniquement du plus petit groupe d'éprouvettes entre les rompues et non-rompues pour effectuer le calcul de la limite de fatigue du matériau). Cette diminution du nombre d'échantillons utilisés est un enjeu phare, d'autant plus au vu du temps d'impression des éprouvettes élaborées par procédé LP-DED. Certains travaux, comme ceux de Roué et al. [Roué et al., 2020], mettent déjà en avant ce type de protocole. L'amélioration du résultat est d'autant plus significative que la proportion d'éprouvettes non rompues à la fin du premier essai est importante.

Les campagnes d'essais se sont alors déroulées de la manière suivante :

- L'éprouvette i est testée pour à un palier de contrainte maximale σ_n ;
- Si celle-ci ne rompt pas au bout de N_{ref} cycles (nombre de cycles de référence, auquel on souhaite déterminer la limite de fatigue), elle est relancée au palier supérieur de contrainte maximale $\sigma_{n+1} = \sigma_n + \Delta\sigma$ avec $\Delta\sigma$ l'incrément de contrainte entre deux paliers successifs, et ainsi de suite tant qu'elle ne rompt pas ;
- Si par contre l'éprouvette rompt avant les N_{ref} cycles pour un certain palier, l'essai pour l'éprouvette suivante est fait au palier inférieur. Par exemple si l'éprouvette i rompt avant la fin du palier de contrainte maximale σ_n (avant donc d'avoir atteint les N_{ref} cycles), alors l'éprouvette $i + 1$ effectuera un premier essai au palier de contrainte maximale $\sigma_{n-1} = \sigma_n - \Delta\sigma$;
- L'opération est répétée et l'ensemble de la campagne d'essais Staircase peut finalement être résumé par un tableau de résultats semblable au tableau 4.2.

Contrainte maximale	Épr.1	Épr.2	Épr.3	Épr.4	Épr.5	...
$\sigma_0 + \Delta\sigma$		x				...
σ_0	x	o	x		x	...
$\sigma_0 - \Delta\sigma$		o		x	o	...
$\sigma_0 - 2\Delta\sigma$					o	...

TABLEAU 4.2 – Exemple de résultats pouvant être obtenus dans le cadre d’une campagne d’essais Staircase avec rechargement des éprouvettes (Épr. : Éprouvette, o : non rompue au palier / x : rompue au palier).

Dans le cadre de ces campagnes Staircase, les essais de fatigue ont été réalisés avec une presse MTS312 capable d’exercer une force de 100 kN avec les mors installés. Les paramètres utilisées lors des campagnes d’essais sont les suivants :

- Nombre de cycles de référence pour la définition de la limite d’endurance N_{ref} : 2 millions de cycles.
- Fréquence de chargement f_{charg} : 30,02 Hz ;
- Rapport de charge $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$: -1 ;
- Incrément de chargement (évolution de la contrainte maximale entre deux paliers successifs) $\Delta\sigma$: 20 MPa ;
- Nombre d’éprouvettes testées par campagne : 10.

À titre indicatif, un essai allant jusqu’au bout des 2 millions de cycles sans que l’éprouvette ne rompe, dure 19 heures avec la mise en route complète de la machine et l’installation de l’éprouvette.

4.3.3 Dépouillement des campagnes d’essais

La méthode de dépouillement des résultats obtenus prend en compte l’endommagement au cours des différents paliers subis par chaque éprouvette. Cette méthode est donc en lien direct avec la stratégie de rechargement des éprouvettes non rompues. La base de cette méthode est directement tirée des travaux de Roué et al. [Roué et al., 2019] à partir du modèle de Basquin [Basquin, 1910] et de la loi de cumul linéaire simple de Miner [Miner, 1945].

L’intérêt de cette méthode, avec le rechargement des éprouvettes, est qu’elle permet de connaître avec plus de précision la limite de fatigue pour les éprouvettes n’ayant pas rompu au premier palier. En effet si une éprouvette survit aux 2 millions de cycles subis, on pourrait uniquement en déduire que sa limite d’endurance à ce nombre de cycles est supérieure à la contrainte maximale imposée. En rechargeant ces éprouvettes et en prenant compte l’accumulation des paliers (c’est-à-dire l’historique des efforts subis), il est possible d’affiner nos résultats. D’après Roué et al. [Roué et al., 2020], dans le cas du rechargement d’une éprouvette, les deux derniers essais réalisés sur celle-ci (celui ayant amené la rupture et le précédent) sont ceux prépondérants et à utiliser pour calculer la limite d’endurance de l’éprouvette en question. Pour chaque éprouvette i , la limite d’endurance Σ_{D_i} s’exprime alors par :

$$\Sigma_{D_i} = \begin{cases} \sigma_0 \left(\frac{N_{r_i}}{N_{ref}} \right)^{\frac{1}{b}} & \text{si l'éprouvette a cassé au premier essai - cf. tableau 4.2 Épr.1} \\ \left((\sigma_0 - \Delta\sigma)^b + \frac{N_{r_i}}{N_{ref}} \sigma_0^b \right)^{\frac{1}{b}} & \text{si l'éprouvette a survécu au moins une fois - cf. tableau 4.2 Épr.5} \end{cases} \quad (4.4)$$

Dans cette formule, Σ_{D_i} correspond à la limite d’endurance de l’éprouvette i à N_{ref} cycles, σ_0 désigne la contrainte à laquelle l’éprouvette a rompu dans l’essai Staircase, N_{r_i} correspond aux nombre de cycles effectuant au moment de la rupture, $N_{ref} = 2 \times 10^6$ est le nombre de cycles total d’un essai si l’éprouvette ne rompt pas et b est une caractéristique du matériau, correspondant à un calcul de pente de la courbe S-N (à rapprocher de la pente de Basquin [Basquin, 1910]) du matériau autour des N_{ref} cycles, qui est pris égal à 16 dans cette étude.

Ce choix sur le coefficient b est issu des recherches mentionnées dans le tableau 4.1, qui donne pour une limite d’endurance à 10^6 cycles un coefficient b autour de 10. Le but est donc de récupérer une valeur de b supérieure à 10, étant donné que la limite de fatigue recherchée est pour une valeur supérieure à 10^6 cycles (2×10^6), et que la pente a tendance à s’adoucir lorsque le nombre de cycles augmente dans cet intervalle. D’après [Roué, 2020], une valeur de 16 donne des résultats convenables sur une plage de b comprise entre 8 et

30, dans laquelle on peut vraisemblablement soupçonner la valeur réelle de b pour nos différentes configurations de matériaux testés, d'où le choix de prendre le coefficient b égal à 16.

4.3.4 Protocole d'analyse des résultats

Dans une étude de fatigue, en raison des différences qu'il peut y avoir pour la limite d'endurance entre deux échantillons du même matériau produit avec la même méthode de fabrication et donc en théorie les mêmes caractéristiques, il est souvent pertinent de mener une étude statistique. Cela passe alors par l'évaluation de la moyenne et de l'écart-type de la limite d'endurance pour chaque configuration étudiée, et par l'association des résultats à une distribution qui représente l'ensemble des éprouvettes de façon adaptée. Si le nombre d'éprouvettes testés est trop faible pour donner un écart-type représentatif, il est possible de déterminer l'intervalle de confiance à 95% qui fournit une gamme de valeurs plausibles pour la limite de fatigue en tenant compte à la fois de la moyenne observée et de l'incertitude associée à l'échantillonnage. Dans cette étude, la distribution de Weibull est privilégiée, afin d'évaluer au mieux la répartition des éprouvettes. Étant donné les valeurs des paramètres associés, la loi de Weibull reste tout de même proche d'une loi normale.

En supposant que la limite d'endurance suit donc une loi de Weibull, la densité f de cette loi est donnée par

$$f(x) = \frac{\beta}{\alpha} \left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta-1} \exp\left(-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^\beta\right),$$

avec α le coefficient d'échelle, β le coefficient de forme et x la limite d'endurance.

La détermination des coefficients α et β se fait en deux temps. D'abord, une approximation de la limite de fatigue du matériau est effectuée afin d'obtenir un ordre de grandeur quant aux valeurs des coefficients. Puis la fonction de vraisemblance $L(\alpha, \beta)$ est utilisée sur une plage de valeurs autour des "premières" estimations, afin de déterminer les coefficients finaux α et β .

La vraisemblance se présente sous la forme d'une fonction $L(\alpha, \beta) = \prod f_i$, où $f_i = f(x_i)$ est la fonction de densité de Weibull appliquée à la contrainte x_i . Pour des valeurs de x_i fixées, les valeurs des paramètres (α, β) qui vont maximiser cette fonction de vraisemblance vont aussi maximiser la probabilité d'avoir obtenu les résultats expérimentaux si la distribution est de type Weibull. Un estimateur du maximum de cette vraisemblance est recherché par comparaison entre les valeurs de la vraisemblance pour chaque couple (α, β) donné dans une plage d'étude cible. Les pas de recherche à l'intérieur de cette plage sont de 0,5 pour le coefficient d'échelle α et de 0,1 pour le coefficient de forme β .

À partir de ces deux coefficients, la valeur moyenne (μ) et l'intervalle de confiance à 95% (IC_{95%}) peuvent être calculés par

$$\begin{cases} \mu = \alpha \times \Gamma\left(1 + \frac{1}{\beta}\right) \text{ où la fonction gamma vaut : } \Gamma(x) = \int_0^{+\infty} t^{x-1} \exp(-t) dt, \\ IC_{95\%} = \mu \pm \frac{1,96}{\sqrt{N_{epv}}} \times \alpha \sqrt{\Gamma\left(1 + \frac{2}{\beta}\right) - \Gamma\left(1 + \frac{1}{\beta}\right)^2} \text{ où } N_{epv} \text{ est le nombre d'éprouvettes testées.} \end{cases}$$

4.3.5 Observation des éprouvettes après rupture

Avant l'observation, les zones utiles de chaque éprouvette sont découpées, et les faciès sont nettoyés à l'éthanol pur puis séchés à l'air comprimé. Les observations des faciès de rupture en fatigue sont alors réalisées à l'aide des microscopes électroniques à balayage (MEB) JEOL JSM-IT300LV et ZEISS EVO MA-10. La distance de travail est comprise entre 8 et 12 mm pour une tension d'alimentation du filament entre 10 et 20 kV.

4.3.6 Acier Forgé

Pour ce premier matériau testé, qui servira de base comparative, l'ensemble des essais menés durant la campagne est résumé dans le tableau 4.3. Les valeurs estimées de limite de fatigue à 2 millions de cycles des éprouvettes d'acier 2507 forgé varient entre 352,7 et 405,1 MPa. À l'aide de l'estimateur du maximum de

vraisemblance présenté juste avant (section 4.3.4), les valeurs déterminées sont de 382,5 pour le coefficient d'échelle et de 25,9 pour le coefficient de forme. Ces coefficients donnent une limite de fatigue moyenne à 2 millions de cycles de 374,5 MPa avec un intervalle de confiance à 95% entre 371,9 et 377,1 MPa.

Contrainte (MPa)	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10
420										x
400							x			o
380	x	x	x	x		x	o	x	x	o
360	o	o	o	o	x	o	o		o	o
340	o					o				
320	o									
300	o									
N_{r_i}	811693	1464466	480973	1356992	1833733	230999	143695	607328	912293	207844
Σ_{D_i} (MPa)	375,5	383,4	370,3	382,3	358,1	365,5	383,6	352,7	376,9	405,1
$\Sigma_D : 374,5 \text{ MPa}$ et $IC_{95\%} : [371,9; 377,1] \text{ MPa}$										

TABLEAU 4.3 – Résultats de la campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues (Éprouvette n°i : Si) sur le SDSS 2507 Forgé (o : non rompue au palier / x : rompue au palier).

Une analyse des faciès obtenus après les essais de fatigue sur les éprouvettes d'acier 2507 forgé est ensuite effectuée. Tout au long des investigations faites, un seul type de rupture est observable. Comme le montre la figure 4.4, l'amorçage des fissures de fatigue se fait en surface et les fissures sont d'origine microstructurale. Ce genre de fissuration a déjà été rapportée dans la littérature pour des aciers inoxydables duplex élaborés par procédés "conventionnels" [Iacoviello et al., 1999].

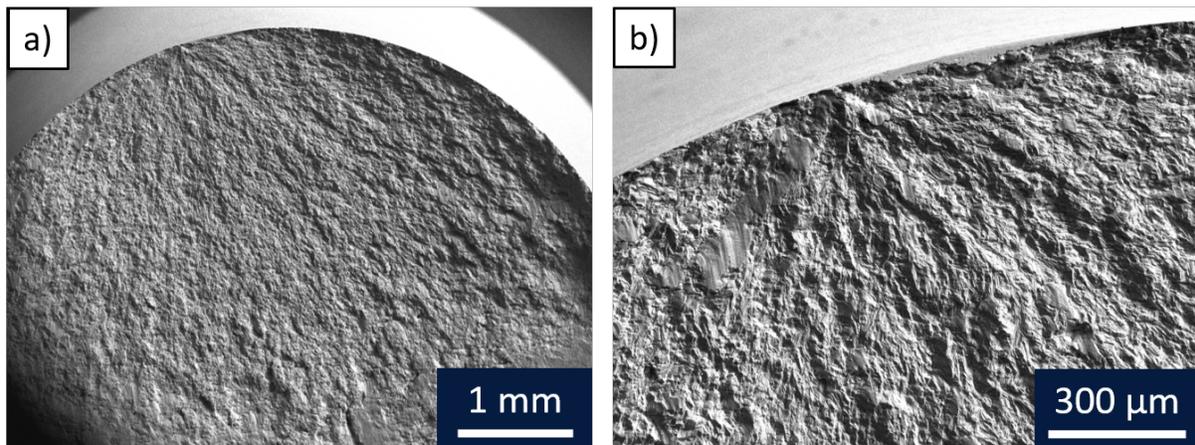


FIGURE 4.4 – Faciès de rupture (obtenues au MEB) après essai de fatigue sur le matériau forgé à (a) faible et (b) fort grossissement (éprouvette S1).

4.3.7 Acier LP-DED Brut de fabrication

On s'intéresse dès lors à la matière obtenue par fabrication additive "Laser Powder-Direct Energy Deposition", et dans un premier temps sans traitement thermique administré. L'ensemble des 10 échantillons testés est répertorié tableau 4.4, avec des limites d'endurance estimées qui sont bien supérieures à celles de l'acier forgé. En effet, les valeurs sont comprises entre 433,6 et 539,5 MPa, contre 352,7 - 405,1 MPa pour leurs homologues forgés. L'estimateur du maximum de vraisemblance permet d'identifier un paramètre d'échelle de 507 et un paramètre de forme de 23,3, ce qui donne une limite d'endurance moyenne de 495,3 MPa et un intervalle de confiance à 95% entre 492,1 et 498,5 MPa.

Contrainte (MPa)	S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7	S8	S9	S10
540										x
520	x	x							x	o
500		o	x			x	x	x	o	o
480				x	x	o	o	o	o	
460					o	o				
N_{r_i}	1493137	179029	1710833	392793	1420177	1253251	700136	245376	82275	876170
Σ_{D_i} (MPa)	510,6	504,9	495,1	433,6	485,9	504,3	495,7	486,4	502,3	539,5
Σ_D : 495,3 MPa et $IC_{95\%}$: [492,1 ; 498,5] MPa										

TABLEAU 4.4 – Résultats de la campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues (Éprouvette n°i : Si) sur le SDSS 2507 LP-DED Brut de fabrication (o : non rompue au palier / x : rompue au palier) avec distinction des causes de rupture (blanc : microstructure / gris clair : pore / gris foncé : non clairement défini).

Contrairement à ce qui est observable pour l'acier inoxydable super duplex 2507 forgé, l'étude des fractographies de l'acier produit par procédé LP-DED et non traité thermiquement révèle deux types distincts de rupture. En effet, les causes de rupture de fatigue identifiées sont soit un pore comme visible sur la figure 4.5(a), soit la microstructure (cf. figure 4.5(b)), avec une amorce en surface comme présentée sur l'acier forgé. La répartition est à peu près équitable, avec cinq échantillons appartenant au premier groupe (éprouvettes S2, S5, S7, S8 et S10) et quatre au second (éprouvettes S1, S3, S4 et S9). On remarque sur toutes les éprouvettes dont la cause de rupture est un pore, que ce dernier est toujours identifié comme d'origine gazeuse de par sa circularité observable sur les imageries MEB.

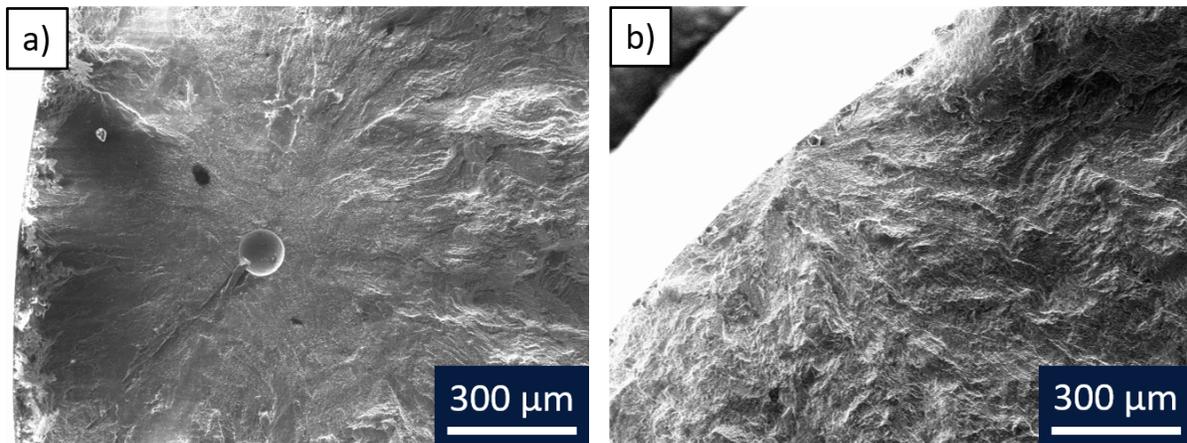


FIGURE 4.5 – Faciès de rupture (obtenus au MEB) après essai de fatigue sur le matériau LP-DED brut de fabrication : amorçage (a) sur un pore (épreuve S9) et (b) en surface (épreuve S10).

L'éprouvette S4 présente un comportement singulier avec une limite de fatigue bien inférieure à celles du reste des éprouvettes de la campagne. La cause envisagée est la proximité du pore avec la surface de l'éprouvette, comme illustrée figure 4.6, hypothèse qui sera discutée juste après (cf. tableau 4.5 et figure 4.8).

L'éprouvette S6 n'est pas présentée dans la répartition car le faciès présente un aspect "œil de poisson" comme sur les éprouvettes ayant rompues à cause d'un pore, mais le pore n'est visible sur aucun des deux faciès de l'éprouvette (figure 4.7).

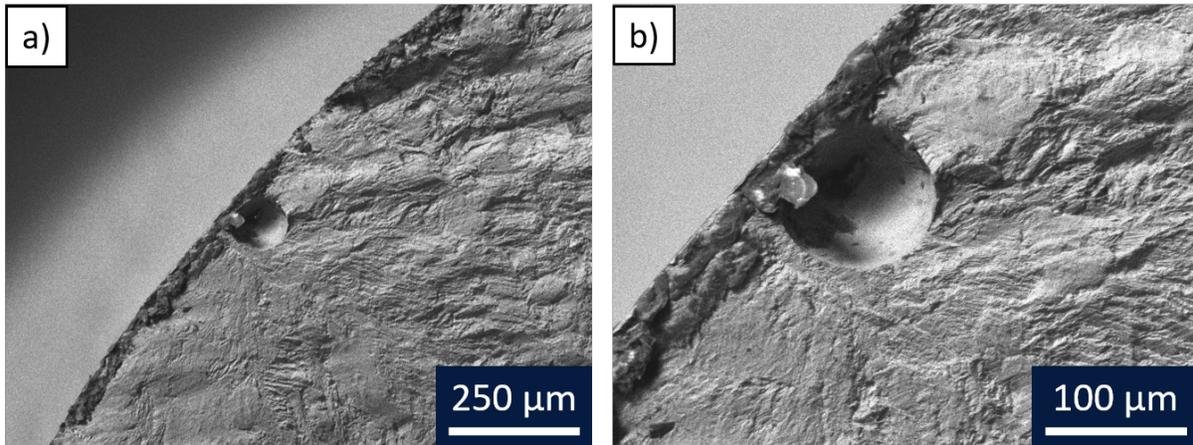


FIGURE 4.6 – Faciès de rupture à (a) faible et (b) fort grossissement de l'éprouvette en acier élaboré par procédé LP-DED brut de fabrication S4, présentant une porosité en proche surface.

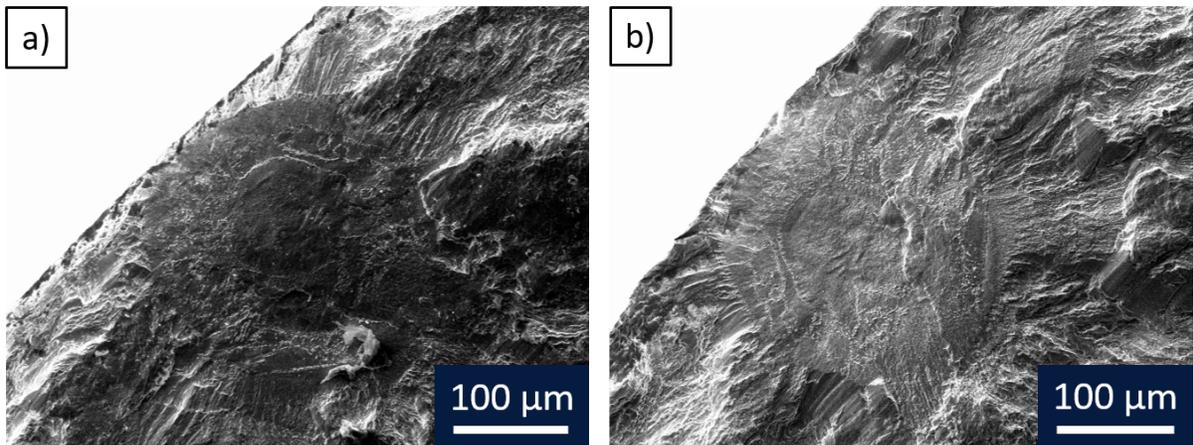


FIGURE 4.7 – Faciès de rupture (a) haut et (b) bas de l'éprouvette en acier élaboré par procédé LP-DED brut de fabrication S6, présentant des ressemblances avec un amorçage à rupture sur porosité.

En se limitant aux éprouvettes ayant amorcées en surface, la même méthode de détermination de limite de fatigue moyenne est utilisée. Les résultats sont à prendre avec prudence au vu du faible nombre d'éprouvettes, mais leur utilité ici est dans la comparaison en fonction du type d'amorce. La limite de fatigue moyenne à 2 millions de cycles pour ce groupe est de 501,2 MPa (avec un intervalle de confiance à 95% ($IC_{95\%}$) compris entre 496,7 et 505,7 MPa), obtenu pour des coefficients $\alpha = 513$ et $\beta = 23,4$.

Pour les éprouvettes dont la cause de la rupture est un pore, la racine carrée de l'aire du pore source de l'amorçage (\sqrt{aire}) ainsi que la distance entre le centre de ce dernier et le bord de l'éprouvette (d) sont des mesures couramment étudiées dans la littérature pour la prise en compte des défauts dans l'analyse de la fatigue des matériaux [Murakami, 2002, Murakami et al., 2019]. Celles-ci sont mesurées dans l'étude et indiquées dans le tableau 4.5. La comparaison entre les différentes \sqrt{aire} est ici pertinente car les pores observés sur les fractographies sont tous identifiés comme des pores gazeux. La non-présence de singularité, caractéristique des pores gazeux, indique que les variations de la limite d'endurance entre les éprouvettes de ce groupe ne peuvent pas provenir de la forme du pore.

Les données du tableau 4.5 montrent que la plage de racine carrée de l'aire des pores ayant amenés à rupture est comprise entre 67,13 et 93,06 μm . Cependant, aucun de ces deux pores ne correspond à des éprouvettes ayant la plus petite ou plus grande limite de fatigue. Il ne semble donc pas exister de lien direct entre la racine carrée de l'aire des pores et la limite de fatigue de l'éprouvette dans le cas d'étude présenté.

Pour la distance entre le centre du pore et le bord de l'éprouvette, sur l'intervalle 70,45-575,69 μm , le constat est différent. L'éprouvette S4 présente à la fois la plus petite valeur de d et la plus petite limite d'endurance. Il semblerait alors que la distance entre le centre du pore et la surface de l'éprouvette impacte ici la limite de fatigue de l'éprouvette. Certaines études portent un regard plus avancé que cela. En effet, notamment dans [Bercelli, 2021], il est montré que lorsqu'on se rapproche fortement d'un ratio $\frac{d}{\sqrt{\text{aire}}}$ égal à 0,5, la limite d'endurance d'une éprouvette possédant un pore avec ce type de caractéristiques chute drastiquement. Les valeurs obtenues, ainsi que les graphes présents figure 4.8, montrent un certain accord avec ces observations, bien que l'échantillon de pores analysés reste très faible et dispersé.

Au vu des graphes figure 4.8, on peut voir que dans la majorité des cas (à l'exception de l'éprouvette S4), le type d'amorçage de rupture en fatigue n'a pas d'influence sur la tenue en fatigue de l'acier inoxydable super duplex 2507 brut de fabrication par procédé LP-DED. La présence de pores gazeux n'est pas un facteur directement limitant, par contre leur emplacement par rapport à leur taille en est un. On peut imaginer qu'avec une distribution bien plus néfaste des pores, la limite d'endurance estimée à 2 millions de cycles chute brutalement comme observé par ailleurs chez [Borbély et al., 2002, Bercelli, 2021]. Cependant même la pire configuration obtenue en terme de pores pour l'acier SAF 2507 brut de fabrication par procédé LP-DED (l'éprouvette S4) donne une limite de fatigue estimée bien meilleure que la moyenne calculée pour l'acier forgé de même nuance.

Ces résultats sur la fatigue mettent en avant les bénéfices de la réalisation de l'étude de fabricabilité du matériau. En axant les efforts de fabrication pour obtenir un matériau le plus dense possible, le jeu de paramètres d'impression final optimisé a grandement contribué aux bons résultats délivrés par cet acier imprimé au niveau de sa résistance à la fatigue à grand nombre de cycles.

Échantillon	Limite de fatigue (MPa)	$\sqrt{\text{aire}}$ (μm)	d (μm)	$\frac{d}{\sqrt{\text{aire}}}$ (-)
S1	510,6	70,98	344,79	4,86
S3	495,1	67,13	455,27	6,78
S4	433,6	92,87	70,45	0,76
S9	502,3	93,06	575,69	6,19

TABLEAU 4.5 – Caractéristiques des pores d'amorce sur les éprouvettes ayant rompu en fatigue à partir d'une porosité.

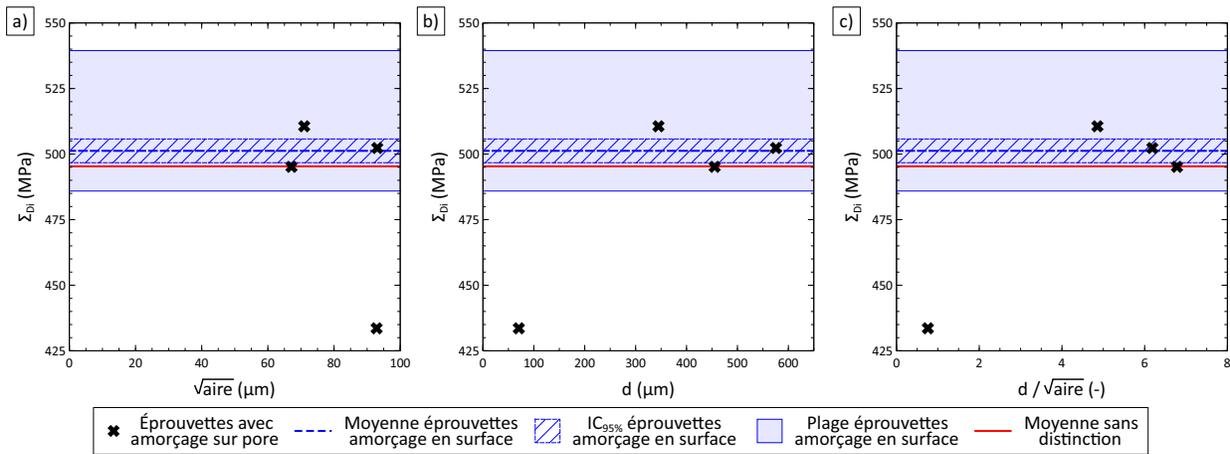


FIGURE 4.8 – Limite de fatigue estimée (Σ_{D_i}) des éprouvettes SAF2507 LP-DED brut de fabrication en fonction (a) de la racine carrée de l'aire du pore d'amorce $\sqrt{\text{aire}}$, (b) de la distance entre le centre du pore et le bord de l'éprouvette d et (c) du ratio $\frac{d}{\sqrt{\text{aire}}}$.

4.3.8 Acier LP-DED Traité thermiquement (1200°C-3h)

Une dernière campagne d'essais Staircase a été réalisée sur l'acier 2507 fabriqué par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures, suivant le protocole rapporté figure 2.3.5. La limite d'endurance pour les éprouvettes testées, calculée à partir de l'équation 4.4, est comprise entre 327,1 et 423,2 MPa pour ce matériau. Avec l'ensemble des données obtenues, les coefficients d'échelle et de forme estimés sont respectivement de 398 et 18. La limite d'endurance à 2 millions de cycles estimée est alors de 386,4 MPa avec un intervalle de confiance à 95% compris entre 383,2 et 389,6 MPa.

Contrainte (MPa)	S1	S3	S4	S5	S6	S8	S9	S10	S11	S12
440	x									
420	o	x		x			x		x	x
400	o	o	x	o	x	x	o	x	o	o
380	o			o			o		o	
...	o									
320	o									
N_{r_i}	121942	50858	957977	89394	103585	80023	95723	767613	109543	128339
Σ_{D_i} (MPa)	423,2	401,4	382,0	402,3	332,4	327,1	402,5	376,8	402,8	403,3
Σ_D : 386,4 MPa et $IC_{95\%}$: [383,2 ; 389,6] MPa										

TABLEAU 4.6 – Résultats de la campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues (Éprouvette n°i : Si) sur le SDSS 2507 LP-DED Tth 1200°C-3h (o : non rompue au palier / x : rompue au palier).

Dans le tableau 4.6, les résultats des éprouvettes S2 et S7 sont manquants. Les tests associés ont bien été effectués, mais lors de l'arrêt de l'essai, un échauffement ainsi que de la striction ont été observé au niveau de la zone utile (cf. figure 4.9). Le mécanisme d'endommagement de la matière n'est donc pas issu uniquement de la fatigue du matériau. Pour éviter l'impact potentiel du couplage de plusieurs mécanismes et une évaluation biaisée de la limite de fatigue, les résultats obtenus pour ces deux éprouvettes ont été écartés. Pour information, l'éprouvette S2 a rompu au premier palier testé, à 420 MPa, au bout de 8705 cycles, l'éprouvette S7 au troisième palier testé, à 420 MPa aussi et au bout de 51295 cycles.

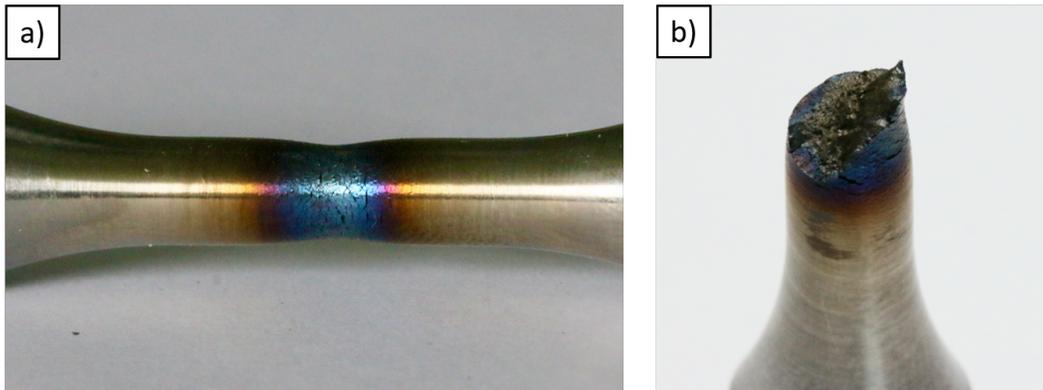


FIGURE 4.9 – Photographies mettant en avant les problèmes d'échauffement et de striction observés sur certaines éprouvettes au cours de la campagne d'essais Staircase sur le matériau LP-DED Tth 1200°C-3h (Éprouvettes (a) S2 et (b) S7).

Au niveau de l'analyse des fractographies, les éprouvettes rompues par fatigue donnent toutes un faciès similaire, comme celui présenté figure 4.10. L'amorce pour le matériau LP-DED traité thermiquement est située en surface et issue de la microstructure du matériau. Ce constat pourrait paraître assez étonnant. En effet, les fractographies observées sur le brut de fabrication sont composées pour la moitié de ruptures issues de pores. Le traitement thermique n'étant pas connu pour réduire la porosité dans un matériau (à la différence de la compression isostatique à chaud "CIC" dans certains cas d'étude [Liverani et al., 2020, Mclean et al., 2022]), il aurait été probable d'obtenir aussi ce genre d'amorce après traitement thermique. Au vu des résultats, les pores ne piloteraient pas la fatigue engendrée dans ce matériau pour la plage de durée de vie visée, mais c'est la microstructure qui serait la principale cause de la rupture en fatigue pour l'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement (1200°C-3h).

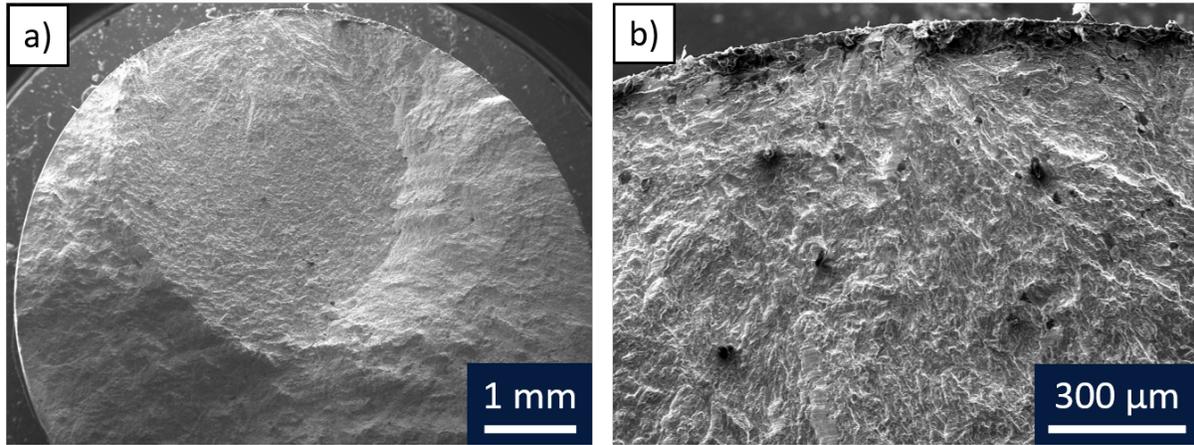


FIGURE 4.10 – Faciès de rupture (obtenues au MEB) après essai de fatigue sur le matériau LP-DED Tth 1200°C-3h à différents grossissements (éprouvette S3).

4.3.9 Comparaison des différents matériaux

Cette étude portée sur des campagnes d'essais selon une méthode Staircase avec rechargement des éprouvettes non-rompues a permis de faire un bilan sur la tenue en fatigue de l'acier inoxydable super duplex 2507 en fonction du procédé et traitement thermique étudié.

Le premier point concerne les limites d'endurance moyennes estimées. Celles-ci nous montre que malgré une microstructure très spécifique générée par l'acier brut de fabrication par procédé LP-DED, ce matériau présente tout de même une meilleure tenue en fatigue que l'acier forgé. Un écart de plus de 100 MPa est observé entre l'acier SAF2507 obtenu par procédé LP-DED (495,3 MPa) et son homologue forgé (374,5 MPa), soit une amélioration de plus de 30% sur la tenue en fatigue de cet acier (figure 4.11). Une des hypothèses pouvant être formulée pour expliquer cet écart entre les deux matériaux est l'influence de la microstructure. En effet, la microstructure développée par procédé LP-DED est plus fine et contient un taux d'austénite plus faible en comparaison avec l'acier forgé, ce qui peut avoir un impact bénéfique sur les propriétés en fatigue des aciers [Nilsson, 1992, Järvenpää et al., 2014, Mlikota et al., 2022].

Une légère nuance est à apporter quant à cette amélioration des propriétés en fatigue. Bien que celle-ci soit majeure, un caractère aléatoire est introduit avec l'utilisation de ce procédé de fabrication additive : les pores. L'effet mesuré dans cette étude demeure mineur dans l'ensemble, lorsqu'on compare les valeurs de fatigue des éprouvettes rompues sur un pore ou non. Cependant, il est à noter que la présence de pores en surface semble entraîner une réduction notable de la limite d'endurance d'une pièce fabriquée par le procédé LP-DED. Dans le cadre de cette campagne, aucune quantification de cette réduction n'a pu être réalisée en raison des résultats obtenus (seulement un cas de rupture sur un pore en proche surface de l'éprouvette).

L'ajout d'un traitement thermique à la suite de la fabrication de l'acier SAF2507 par procédé "Laser Powder-Direct Energy Deposition" est nuisible pour la tenue en fatigue du matériau. En effet le traitement amène à une diminution de la limite moyenne d'endurance estimée pour 2 millions de cycles (386,4 MPa), allant jusqu'à se rapprocher de celle de la matière forgée, tout en ayant un intervalle de confiance légèrement plus important.

La ressemblance avec le matériau forgé ne s'arrête pas là puisque l'ensemble des ruptures en fatigue observés sont initiées à la surface des éprouvettes, tout comme pour le matériau de référence. Ce constat est somme toute assez perturbant étant donné que le traitement thermique n'est pas reconnu pour améliorer la densité des matériaux. Ce point permet de formuler l'hypothèse que les pores n'ont pas réellement d'impact sur la limite de fatigue, comparativement à la microstructure, du matériau LP-DED traité thermiquement aux niveaux de contrainte imposés lors des essais de la campagne Staircase avec rechargement. La différence entre les amplitudes de contrainte subies par le produit LP-DED brut et traité thermiquement (plus importantes pour le premier) peut être une des explications concernant la variation des types d'amorçage (balance défauts/microstructure ou uniquement microstructure).

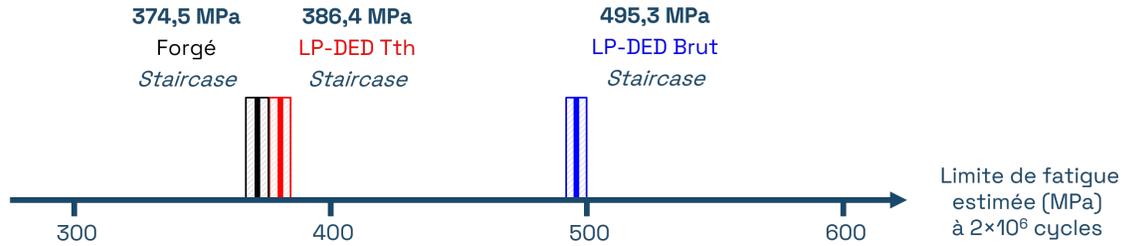


FIGURE 4.11 – Limites de fatigue estimées à partir des campagnes Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues pour le matériau forgé, LP-DED Brut et LP-DED traité thermiquement à 1200°C-3h.

4.4 Propriétés en fatigue analysées à partir d’essais d’auto-échauffement

Comme partiellement expliqué en introduction (section 4.1), l’évaluation des propriétés en fatigue sont déduites, dans le cadre des essais d’auto-échauffement, de la dissipation induite par la contrainte appliquée sur l’éprouvette.

Dans cette partie, il est question d’expliquer le déroulé d’un essai, la méthode de post-traitement utilisée et les résultats obtenus pour l’ensemble des matériaux testés. En plus des aciers inoxydables super duplex 2507 forgé, produit par LP-DED brut de fabrication et traité thermiquement à 1200°C pendant trois heures, des essais seront aussi menés pour les autres des traitements thermiques discutés dans les précédents chapitres (1050°C, 1125°C et 1275°C pendant 3 heures, cf. figure 2.10).

4.4.1 Introduction

À partir des années 1980 et avec l’essor de l’imagerie par thermographie infrarouge, l’auto-échauffement reprend de l’importance dans les analyse en fatigue (cf. section 4.1). On peut classer les études sur le lien entre l’auto-échauffement et la fatigue de manière différente en deux groupes mais dont l’un ne peut aller sans l’autre. Ces deux philosophies, comme énoncées dans [Munier, 2012, Guellec, 2023], sont pour l’une de ”comprendre pour modéliser” et l’autre ”modéliser pour prévoir”.

La première s’intéresse alors tout particulièrement aux sources de dissipation de chaleur. En effet, même si un matériau peut être considéré comme homogène d’un point de vue macroscopique, il demeure très souvent en réalité une certaine hétérogénéité microstructurale. Cela rend l’étude et la caractérisation des sources de dissipation particulièrement intéressantes, car localisées d’un point de vue microscopique.

La seconde reste dans l’approche historique de l’auto-échauffement, c’est-à-dire d’établir un lien entre les mesures d’auto-échauffement sous sollicitations cycliques et les propriétés en fatigue. Pour cela une modélisation est proposée dans le but de prévoir le comportement en fatigue à l’aide d’essais d’auto-échauffement.

Le premier axe de recherche mentionné s’est principalement développé grâce à la mesure infrarouge elle-même. En résolvant l’équation de la chaleur, un lien peut être établi entre la température mesurée et le terme source. Pour ce faire, plusieurs termes liés à la production ou au transfert de chaleur pour l’éprouvette testée doivent d’abord être évalués, afin d’isoler le terme source d’auto-échauffement.

Les travaux de Chrysochoos dans les années 1990 [Chrysochoos, 1985, Chrysochoos et al., 1989] établissent ainsi un cadre thermodynamique, qui sera présenté plus en détail au chapitre 5. Ce dernier permet entre autres de comprendre à la fois les variations de température enregistrées par thermographie à IR et les couplages thermodynamiques découlant d’un chargement cyclique.

Il s’en est suivi de nombreuses études [Luong, 1995, La Rosa and Risitano, 2000, Krapez and Pacou, 2002] sur tous types de métaux, des aciers en passant par les aluminiums. La captation de la signature thermique via divers méthodes de mesure (caméra IR, thermocouples, etc..) a permis l’obtention du terme source, et donc des propriétés intrinsèques de ces matériaux.

En fonction des moyens de mesure utilisés, différentes approches peuvent être mises en œuvre quant à la définition de l’évolution de température au cours des essais d’auto-échauffement. Avec les moyens actuels, la

mesure de température se fait en surface de l'éprouvette, ce qui amène à des approches "0D", "1D" ou "2D" (la température dans la profondeur du matériau ne peut pas être mesurée). Chacune de ses approches apporte son lot d'hypothèses (schéma figure 4.12) à prendre en compte. Le choix dépend notamment de l'intérêt d'un modèle d'étude plus ou moins complexe vis-à-vis du matériau étudié (hétérogénéité, isotropie, etc..) mais aussi des moyens de mesure à disposition. Une explication succincte du concept pour chacune des approches est faite ci-dessous :

- Approche "0D" : La température moyenne sur le volume étudiée est considérée. Les échanges de chaleur sont modélisés comme des pertes par échange de flux avec l'extérieur sur chacune des faces du volume et sont proportionnels au différentiel de température entre le matériau et l'extérieur (conditions dites de troisième espèce ou de Fourier). L'aspect moyenne qui amène à une dépendance uniquement temporelle de la température dans cette approche, donne un terme source moyen dans tout le volume variant uniquement en fonction du temps lui aussi. Cette approche permet l'utilisation des thermocouples pour mesurer la température, à l'opposé des deux suivantes nécessitant la captation de la scène par caméra IR ;
- Approche "1D" : Le volume est cette fois assimilé à une succession de tranches à l'intérieur desquelles la température va être moyennée. Au niveau des conditions aux limites, seules celles sur les surfaces entre les couches changent pour exprimer la conduction dans la matière à partir de la loi de Fourier. La température tout comme le terme source sont alors dépendants du temps et d'une dimension (selon la hauteur sur la figure 4.12) ;
- Approche "2D" : Cette fois, le découpage se fait suivant les deux axes du plan analysé de l'éprouvette. Des conditions aux limites de conduction dans la matière sont mises sur tous les plans non directement visibles par la caméra IR, et de convection sur les deux autres faces. La température et le terme source sont alors dépendants du temps et de deux dimensions spatiales, et sont moyennés suivant la troisième dimension (associée à l'épaisseur ou la profondeur du volume).

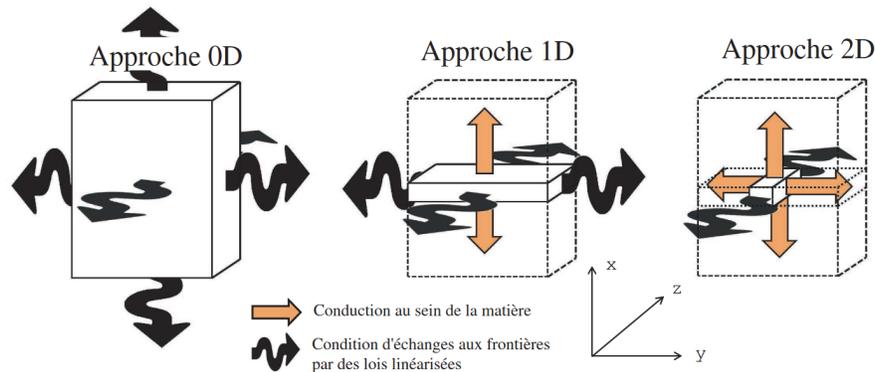


FIGURE 4.12 – Différences des conditions aux limites en fonction des approches [Munier, 2012].

Une fois tous ces contours posés, un bon nombre d'études ont mis en avant les mécanismes intervenant lors de l'auto-échauffement d'un matériau. À hautes amplitudes le lien est fait avec la microplasticité et surtout l'apparition de bandes de glissement [Cugy and Galtier, 2002, Lukás and Kunz, 2004, Munier et al., 2017]. À de plus faibles sollicitations, lorsque l'élévation de température est moindre, la dissipation de chaleur est due aux dislocations et plus précisément à la friction interne issue de leurs déplacements [Mareau, 2007, Maquin and Pierron, 2009, Mareau et al., 2012, Munier et al., 2017].

Tout cet ensemble de travaux a donc pu poser un cadre thermodynamique sur l'auto-échauffement, améliorer l'observation et l'analyse thermique des essais, et identifier différents mécanismes qui impliquent in fine l'élévation de température en fonction des propriétés matériaux.

La seconde philosophie de recherche revient sur le principe initial, à savoir déterminer rapidement le comportement en fatigue des matériaux. L'accent est mis sur la prévision de courbe de Wöhler complète, et non plus uniquement la limite d'endurance. Pour cela, une modélisation doit être effectuée pour faire dialoguer les résultats des essais d'auto-échauffement et les propriétés en fatigue.

Les essais d'auto-échauffement contiennent bien plus d'information qu'une simple contrainte pour laquelle

un changement majeur d'évolution de température est observé. En effet, les évolutions de température pré- et post-transition ne sont pas tout le temps les mêmes. Ces différents comportements sont mis en valeur dans certaines publications de Luong et La Rosa notamment [Luong, 1995, Luong, 1998, La Rosa and Risitano, 2000]. La figure 4.13, issue de [Charkaluk and Constantinescu, 2009], met bien en relief que les réponses thermiques à une sollicitation cyclique peuvent être très variables en fonction du matériau et même de sa composition. L'échauffement obtenu est plus ou moins important, avec une transition fortement marquée ou non et une évolution post-transition très disparate entre les matériaux rapportés. Cette constatation appuie sur la nécessité d'étayer les résultats obtenus avec une modélisation de l'auto-échauffement des matériaux.

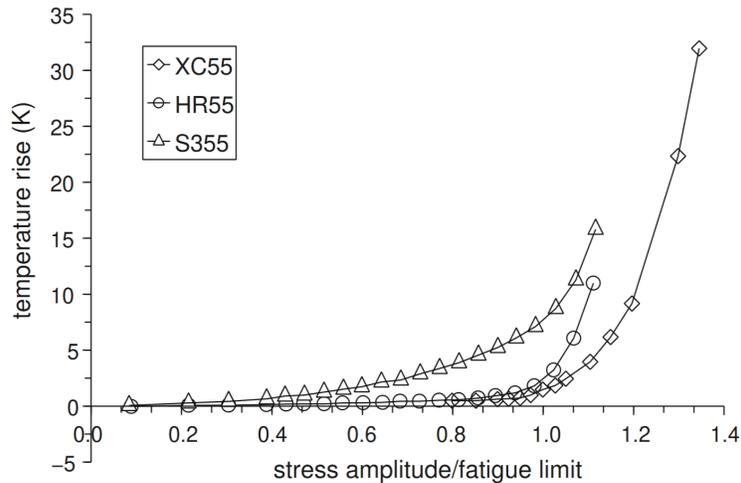


FIGURE 4.13 – Différences de comportement en température sur différentes nuances d'aciers, répertoriées par [Charkaluk and Constantinescu, 2009] et issues des résultats de [Luong, 1995, Luong, 1998] (acier XC55) et [Cugy and Galtier, 2002] (aciers HR55 et S355).

Bon nombre de modèles ont pu être étudiés et peaufinés au cours des études. Dans le cadre d'une détermination empirique et déterministe de la limite de fatigue, un modèle déterministe a été proposé par [Doudard, 2004]. À partir d'un volume élémentaire représentatif (VER) composé d'une matrice élastique et d'une inclusion élasto-plastique (représentant l'ensemble des grains où la microplasticité apparaît), d'une loi de localisation (reliant le comportement mésoscopique au macroscopique) et d'un travail dans le cadre thermodynamique, une expression de l'élévation de la température en approche 0D à partir d'un seuil est obtenue sous la forme

$$\bar{\theta}^{0D} = \eta f_v \sigma_y^\mu \langle \Sigma_\infty - \sigma_y^\mu \rangle,$$

avec ηf_v un paramètre à ajuster, f_v la fraction volumique de l'inclusion et Σ_∞ la contrainte seuil de l'auto-échauffement associée à la limite en fatigue du matériau.

Cette expression, et plus généralement ce modèle, justifie les prédictions de limite d'endurance moyenne effectuées au siècle précédent. Cependant, comparativement aux courbes d'auto-échauffement complètes, la description reste assez élémentaire car ce modèle ne propose qu'une augmentation de température à partir d'un seuil ce qui s'oppose à l'expérimental (avec une augmentation de température progressive même à de faibles amplitudes de contraintes). Pour mieux intégrer les résultats expérimentaux aux modèles, plusieurs autres approches sont explorées, notamment une approche probabiliste [Doudard et al., 2005, Munier, 2012]. Une discussion plus poussée sur la modélisation des essais d'auto-échauffement et les ingrédients qui la composent (modèle de comportement en fatigue, cadre thermodynamique, etc...) est menée dans le chapitre 5.

4.4.2 Protocole expérimental

Les essais d'auto-échauffement ont pour objectif de permettre une détermination de la limite de fatigue avec une seule éprouvette. Cette méthode est certes beaucoup moins gourmande en nombre d'échantillons comparativement à une campagne Staircase, mais une analyse approfondie peut être nécessaire pour estimer

plus précisément la limite d'endurance et interpréter le comportement du matériau (par exemple avec mise en place d'une modélisation probabiliste à deux échelles [Doudard, 2004, Munier, 2012, Bercelli, 2021, Guellec, 2023]). Dans ce chapitre, l'analyse est limitée à une interprétation empirique des courbes d'auto-échauffement. Attention cependant dans le cas d'une microstructure hétérogène, comme présentée sur le matériau produit par LP-DED brut de fabrication (cf. section 2.5), le dépouillement empirique de ces essais, ne prenant pas en compte cette hétérogénéité, donne un résultat qui ne peut pas être en adéquation avec les valeurs obtenues après réalisation d'une campagne d'essais Staircase sauf cas particulier [Graux, 2017].

Chaque essai d'auto-échauffement est un assemblage de plusieurs paliers, composé chacun d'une phase de sollicitation, à contrainte variable, et d'une phase de repos, à contrainte constante (cf. figure 4.14(a)). Pendant les phases de sollicitation, l'éprouvette (identique à celle présentée pour les campagnes Staircase, cf. figure 4.3) est sollicitée par une consigne sinusoïdale en contrainte, dont la contrainte maximale augmente à chaque nouveau palier. Les temps de repos, ou de refroidissement de l'éprouvette, sont eux identifiés comme des périodes où la contrainte imposée vaut le niveau moyen perçu lors de la phase de sollicitation précédente. Ces essais sont réalisés sur une machine d'essai hydraulique MTS312 (installation avec des mors supportant des efforts allant jusqu'à 100kN). L'arrêt de l'essai se fait au moment de la rupture finale de l'éprouvette.

Durant chaque palier, la température de l'éprouvette est relevée à l'aide d'une caméra infrarouge FLIR X6580sc. Afin d'obtenir les informations les plus précises possibles sur la température émise par l'éprouvette, plusieurs précautions sont prises :

- L'éprouvette est peinte en noir mat de façon uniforme (à la bombe de peinture). De cette manière l'ensemble de la zone utile possède la même émissivité grâce à l'aspect mat et unicolore ;
- Les mors sont eux aussi peints de la même manière. La température de ces derniers doit être elle aussi récupérée pour obtenir la réponse réelle issue de la dissipation du matériau et non celle influencée par l'activité de la machine d'essai (cf. formule 4.5). Cette mesure est effectuée même si les mors sont refroidis durant l'essai (comme c'est le cas dans cette étude) ;
- Un épais drap noir est positionné autour de la machine d'essai et la caméra, comme figure 4.14(b). Celui-ci permet toute interférence pouvant intervenir de sources lumineuses extérieures (éclairage de la pièce, évolution de la luminosité en fonction de l'ensoleillement, ...) ou de chaleur (courant d'air, passage de personnes derrière le dispositif d'essai, ...).

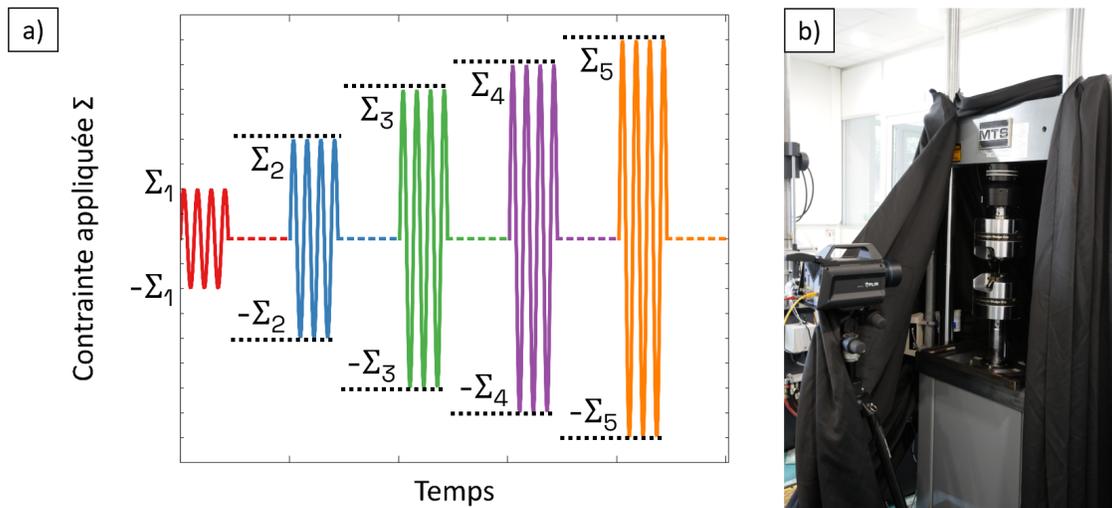


FIGURE 4.14 – (a) Schéma de la consigne demandée à la machine d'essai (dans le cas d'un rapport de charge demandé égal à -1) et (b) dispositif expérimental pour effectuer un essai d'auto-échauffement.

Lors de l'essai d'auto-échauffement, les différents paramètres expérimentaux sont :

- Nombre de cycles par palier N_{palier} : 9000 cycles ;
- Rapport de charge : $\frac{\Sigma_{min}}{\Sigma_{max}} = R$: -1 ;
- Fréquence du chargement f_{charg} : 30,02 Hz (intérêt expliqué dans la section 4.4.3) ;
- Temps de repos : 6 minutes ;

- Incrément de contrainte (soit Σ_i la contrainte maximale du palier précédent et Σ_{i+1} celle du palier à venir) :
 - Si $\Sigma_i < 250$ MPa : $\Sigma_{i+1} = \Sigma_i + 25$ MPa,
 - Si $\Sigma_i > 250$ MPa : $\Sigma_{i+1} = \Sigma_i + 10$ MPa,
- Contrainte maximale pour le premier palier de chargement Σ_1 : 50 MPa ;
- Contrainte au cours de la phase de refroidissement/repos : 0 MPa ;
- Fréquence d'acquisition de la caméra infrarouge : 1 Hz.

4.4.3 Analyse des résultats

Comme suggérée dans la section précédente (4.4.2), l'élévation de température issue de la seule dissipation du matériau n'est pas directement celle observée dans la zone utile. Il faut en outre prendre en compte les effets extérieurs, ici la machine d'essai via le contact effectué par les mors de celle-ci sur l'éprouvette. Ainsi l'élévation de la température est effectuée par

$$\theta = T_{epr} - \frac{T_{haut} + T_{bas}}{2} \quad (4.5)$$

avec :

- θ : la température de l'éprouvette issue de la dissipation thermique sous contrainte appliquée ;
- T_{epr} : la température de la zone utile de l'éprouvette ;
- T_{haut} et T_{bas} : les températures respectivement au niveau des mors haut et bas.

Pour établir les températures T_{epr} , T_{haut} et T_{bas} , des zones d'intérêts sont respectivement faites sur la zone utile de l'éprouvette, les mors haut et bas au niveau de l'enregistrement vidéo de la caméra (comme présentées figure 4.15(a)). Une moyenne spatiale est réalisée dans chacune des zones, et donne une évolution temporelle de la température de ces trois aires étudiées.

Ce n'est qu'à la suite de cela que le calcul de l'évolution temporelle de la température θ , comme écrit formule 4.5, est effectué. Des évolutions types de θ sont schématisées figure 4.15(b). Sur celui-ci, les $\bar{\theta}_i$ sont associées aux températures stabilisées pour chaque palier i . Ce sont ces températures stabilisées qui sont le cœur d'intérêt.

Au bout d'un certain stade de progression de l'essai, la température θ ne va plus réussir à converger vers une valeur stabilisée. À partir de ce moment-là, où la définition d'un $\bar{\theta}$ n'est pas possible, l'essai d'auto-échauffement peut-être arrêté ou prolongé sur ce dernier palier afin d'avoir un nombre de cycles à rupture pour ce niveau. Dans cette approche, l'arrêt de l'essai survient au moment de la rupture de l'éprouvette, puisque l'analyse est réalisée postérieurement à l'essai et non simultanément. C'est lors du traitement des données que la distinction entre les paliers qui seront intégrés dans l'analyse et ceux qui ne le seront pas est effectuée.

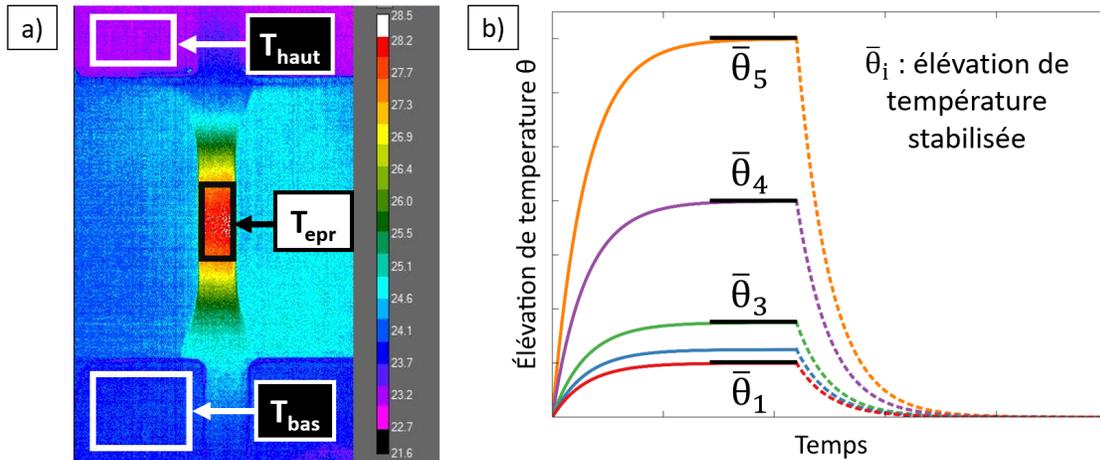


FIGURE 4.15 – (a) Cliché infrarouge de l'éprouvette en phase d'activité et (b) schéma de la réponse en température pour chaque palier.

Avec des fréquences de sollicitation de la machine (30,02 Hz) et d'acquisition de la caméra IR (1 Hz), le résultat de l'enregistrement de θ sur un palier ressemble plutôt à ce qui est illustré figure 4.16(a), avec une oscillation persistante même en fin de palier (cf. figure 4.16(b)). Cette oscillation découle du couplage thermo-élastique induit dans le matériau par la consigne en contrainte imposée par la machine d'essai (pour cet essai, elle est sinusoïdale).

Afin de retrouver l'étendue du couplage thermo-élastique, il faut choisir une fréquence d'acquisition non-multiple de celle de la sollicitation, comme dans le cas présent avec 1 Hz pour la caméra IR et 30,02 Hz pour la consigne machine. Cela conduit à l'obtention d'une réponse du type de celle représentée par la courbe orange figure 4.16(c). Bien que l'aspect thermo-élastique ne soit pas étudié ici, l'intérêt est de venir récupérer l'élévation de température induite uniquement par la microplasticité non par l'effet du couplage thermo-élastique à l'échelle macroscopique, ou biaisée par le couple de fréquences d'acquisition caméra et de consigne machine. En effet, si l'une est un multiple de l'autre, la température finale stabilisée obtenue serait certes bien distinguable mais avec une valeur potentiellement différente de la réalité (cf. droite verte sur la figure 4.16(c)).

Pour obtenir finalement la température stabilisée $\bar{\theta}$ d'un palier, il faut réaliser une moyenne de la température θ sur les derniers cycles d'activité dans le cas manifeste d'une stabilisation. À partir des températures stabilisées pour chaque palier, une courbe température stabilisée en fonction de la contrainte maximale appliquée par palier peut être tracé en échelle linéaire-linéaire (comme présentée figure 4.17).

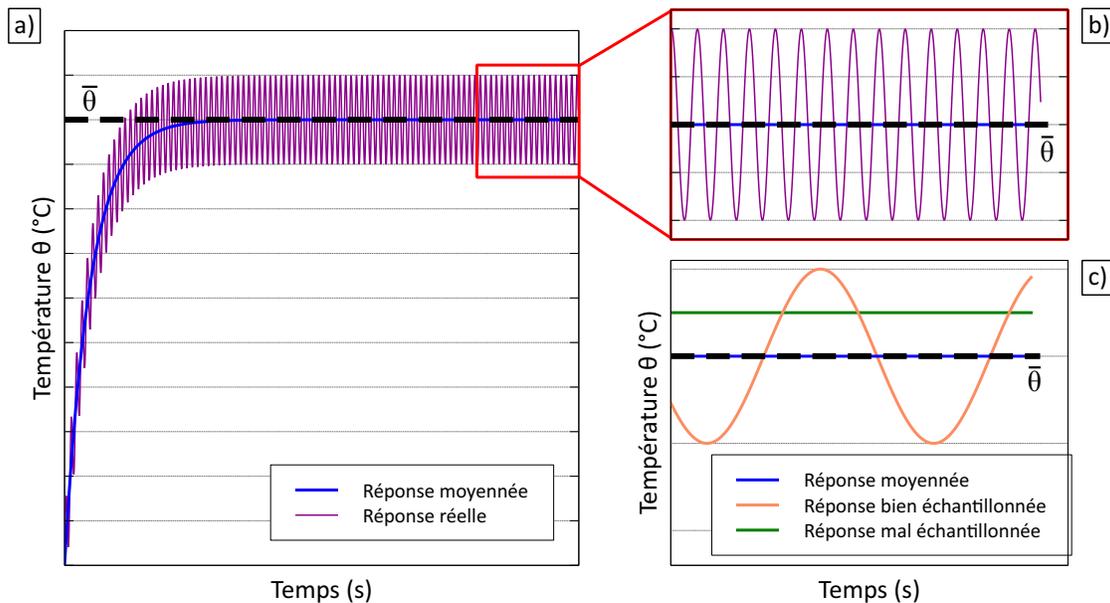


FIGURE 4.16 – (a) Représentation schématique de θ réel sur un palier lors de la phase d'activité, (b) zoom sur les derniers cycles où la température est stabilisée $\bar{\theta}$ et (c) réponses obtenues après échantillonnage lors des derniers cycles de chargement.

L'obtention de la limite de fatigue via un dépouillement empirique de l'essai d'auto-échauffement implique d'abord de définir l'asymptote finale de la courbe, ajuster au plus proche des trois dernières températures stabilisées (deux dernières sur l'exemple figure 4.17). Une fois cette étape achevée, la valeur associée à la limite d'endurance du matériau est obtenue à l'intersection de cette asymptote avec l'axe des abscisses, encadrée et notée Σ_{∞} sur la figure 4.17.

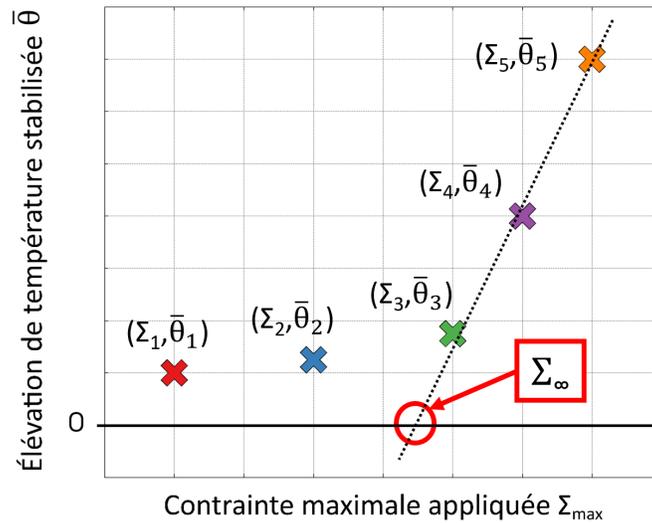


FIGURE 4.17 – Exemple de courbe température stabilisée - contrainte maximale appliquée par palier de chargement à partir de la consigne figure 4.14(a) et des température obtenues figure 4.15(b).

4.4.4 Résultats obtenus pour l'acier inoxydable super duplex 2507

Des essais d'auto-échauffement ont donc été effectués sur toutes les configurations matériaux existantes de ce manuscrit. Les courbes obtenues sont répertoriées sur la figure 4.18. Sur ce graphe, les droites en pointillés représentent les asymptotes liées au derniers points de chacune de configuration matériau testée.

En utilisant la méthode de dépouillement empirique, les limites de fatigue estimées sont celles données dans le tableau 4.7.

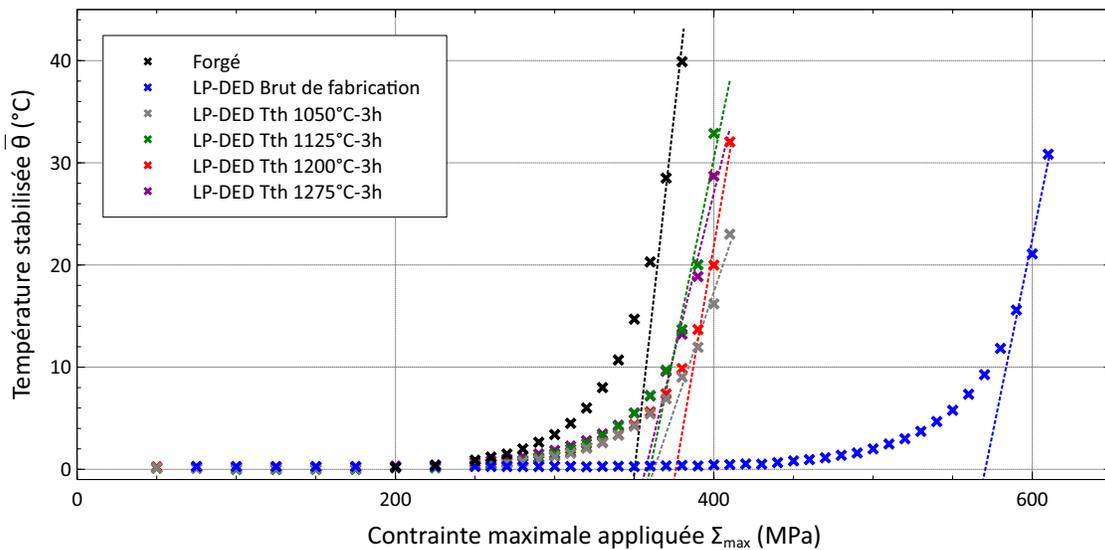


FIGURE 4.18 – Courbes température stabilisée - contrainte obtenues à partir d'essai d'auto-échauffement ($R=-1$) pour les aciers 2507 forgé et élaboré par procédé LP-DED brut de fabrication et traités thermiquement à 1050-1125-1200-1275°C pendant 3 heures.

Plusieurs constats peuvent être tirés de ces résultats. D'abord, la différence de comportement entre l'acier inoxydable super duplex 2507 forgé et produit par procédé LP-DED (le matériau brut de fabrication) est important, avec une courbe d'auto-échauffement décalée d'environ 200 MPa.

Ensuite, quel que soit le traitement thermique appliqué sur l'acier SAF2507 produit par LP-DED, la limite de fatigue reste très semblable sur la gamme de traitements testés. En effet, l'écart entre ces derniers est inférieur à 20 MPa.

Enfin, et toujours par rapport au post-traitement, une fois celui-ci réalisé, le matériau LP-DED perd nettement son avantage par rapport au matériau forgé.

En comparant les résultats obtenus par cette méthode et ceux déterminés par campagne Staircase avec rechargement, plusieurs conclusions principales peuvent en être déduites (tableau 4.7 et figure 4.19).

Tout d'abord, la hiérarchie des courbes sur la figure 4.18 est cohérente en comparaison des résultats obtenus par campagne Staircase avec rechargement. Il y a d'abord celle du forgé, suivie par celle du produit LP-DED traité thermiquement, et enfin celle du produit LP-DED brut de fabrication. Ce point montre que qualitativement les mesures d'auto-échauffement sont cohérentes avec les résultats obtenus par campagne Staircase avec rechargement des éprouvettes non-rompues.

Il faut cependant faire très attention d'un point de vue quantitatif. La microstructure joue un rôle important sur la fatigue des matériaux. En effet, dans le cadre de matériaux hétérogènes, par exemple composés de deux populations de microstructure, c'est la population la plus faible qui pilotera alors que l'auto-échauffement résultera des deux. Il faudrait donc prendre en compte cet aspect dans le dépouillement ou alors imaginer des configurations complémentaires qui puissent évaluer l'apport de l'une et l'autre [Graux, 2017].

D'un point de vue quantitatif donc, bien que la limite en fatigue estimée est un peu plus faible de quelques dizaines de MPa (soit quelques pourcents), les résultats estimés par la méthode de dépouillement empirique des essais d'auto-échauffement sont proches de ceux rapportées par une démarche Staircase, plus conventionnellement utilisée dans l'industrie, pour les acier forgé et élaboré par procédé LP-DED suivi d'un traitement thermique. Plus précisément, les écarts entre les deux méthodes sont d'environ 7% pour l'acier forgé (350 MPa estimée contre 374,52 par campagne Staircase avec rechargement) et de moins de 3% pour l'acier produit par LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant trois heures (tableau 4.7).

Par contre la validation quantitative pour les résultats issus des essais d'auto-échauffement est mise en défaut pour le brut de fabrication par procédé LP-DED. Pour ce dernier, l'écart est d'environ 15%, soit plus de 70 MPa de différence en faveur du dépouillement empirique de l'essai d'auto-échauffement (570 MPa contre 495 via campagne Staircase avec rechargement). Ce contraste entre les deux méthodes est loin d'être négligeable et ne peut être imputable à l'inévitable dispersion des résultats en fatigue.

Procédé / Post-traitement	Σ_D (AE)	Σ_D et IC _{95%} (Staircase)	Écart Σ_D (AE) - IC _{95%} (Staircase)
Forgé	350 MPa	374,5 MPa [371,9 ; 377,1]	21,9 MPa (5,9%)
LP-DED Brut de fabrication	570 MPa	495,3 MPa [492,1 ; 498,5]	71,5 MPa (14,3%)
LP-DED Tth 1050°C-3h	362 MPa	-	-
LP-DED Tth 1125°C-3h	360 MPa	-	-
LP-DED Tth 1200°C-3h	376 MPa	386,4 MPa [383,2 ; 389,6]	7,2 MPa (1,9%)
LP-DED Tth 1275°C-3h	366 MPa	-	-

TABLEAU 4.7 – Tableau récapitulatif des estimations de limite d'endurance pour l'ensemble des configurations matériaux à partir d'un dépouillement empirique de l'essai d'auto-échauffement (Σ_D (AE)) et de campagne Staircase avec rechargement (Σ_D et IC_{95%} (Staircase)), et les écarts d'estimation entre les deux méthodes.

Néanmoins ce bilan était anticipable car d'après les travaux réalisés dans [Doudard, 2004, Graux, 2017], la présence d'hétérogénéités dans le matériau, ce qui a été rapportée au niveau de la microstructure dans ce manuscrit (cf. figures 2.22 et 2.23) et une densité de dislocation initiale importante (rapportée pour ce couple matériau-procédé dans [Salvetr et al., 2022]) peuvent induire de grosses différences dans l'estimation de la limite d'endurance par cette approche "auto-échauffement avec dépouillement empirique". Il faut alors pour avoir une interprétation plus juste de la courbe d'auto-échauffement utiliser une brique de modélisation adéquate permettant un passage rationnel entre les mesures d'auto-échauffement et les propriétés en fatigue, car le dépouillement empirique de l'essai d'auto-échauffement est inapproprié dans ce cas.

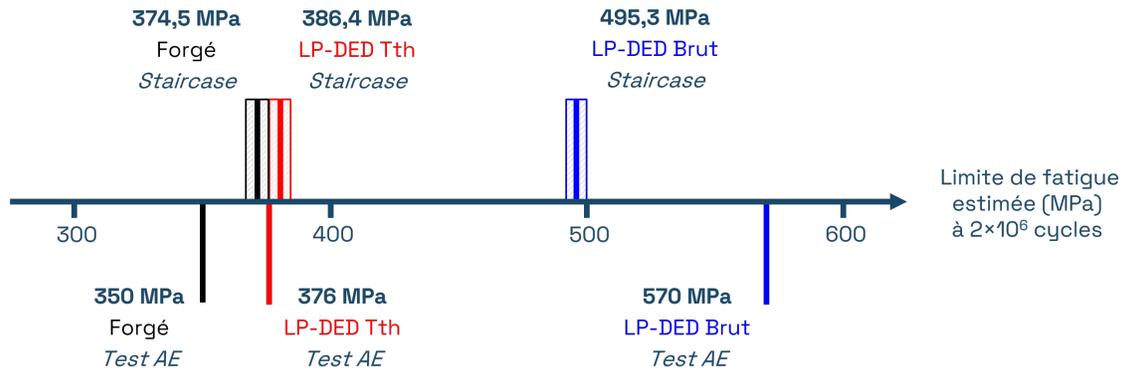


FIGURE 4.19 – Limites de fatigue estimées à partir des campagnes Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues et des essais d’auto-échauffement (Test AE) pour le matériau forgé, LP-DED Brut et LP-DED traité thermiquement à 1200°C-3h.

4.5 Conclusion du chapitre

La fatigue à grand nombre de cycles est un sujet qui amène à un certain nombre d’interrogations sur le matériau élaboré par fabrication additive, et ceux notamment à cause du développement de porosités qu’induit ce type de procédé.

Dans ce chapitre deux méthodes de détermination de la limite en fatigue ont été étudiées : le dépouillement de campagnes Staircase avec rechargement des éprouvettes non-rompues, servant de base pour les valeurs ”réelles” de limite de fatigue à 2 millions de cycles (norme [ISO :12107, 2012]), et le dépouillement empirique d’essais d’auto-échauffement.

Les campagnes Staircase d’essais de fatigue avec rechargement des éprouvettes non-rompues ont mis en avant les bénéfices acquis par l’utilisation du procédé LP-DED comparativement au forgeage pour l’acier inoxydable super duplex 2507, avec une limite d’endurance accrue de plus de 100 MPa.

L’usage du traitement thermique à la suite de la fabrication LP-DED ramène par contre les propriétés en fatigue plus proche du matériau forgé (tout comme pour les propriétés en traction et en dureté), tout en restant très légèrement supérieures (une dizaine de MPa d’écart entre le forgé et le LP-DED Tth 1200°C-3h).

Il a été montré que la porosité ne joue qu’un rôle modéré dans la tenue en fatigue à 2 millions de cycles. Cette observation, faite à partir de l’acier imprimé brut de fabrication est très encourageante pour ce type de procédé, car seul un pore en très proche surface de l’éprouvette impacte de façon néfaste la limite d’endurance à 2 millions de cycles. À contrario, la microstructure est importante à prendre en compte dans le comportement en fatigue de l’acier inoxydable super duplex 2507, comme l’a montré l’écart de tenue entre le brut de fabrication par procédé LP-DED et celui traité thermiquement (ou même celui élaboré par forgeage).

Au vu des résultats des campagnes Staircase et des microstructures des matériaux, une des perspectives envisageables est d’essayer de piloter la fabrication (variation du recouvrement par exemple) et le traitement thermique (modification de la température de maintien, double traitement, etc...) pour venir positionner à souhait la limite d’endurance du matériau produit.

Aussi la démarche Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues permet d’obtenir une limite de fatigue pour un unique nombre de cycles effectués (ici 2×10^6). L’impact du procédé LP-DED (et des traitements thermiques) sur cette limite a pu être observé. Cependant des essais complémentaires seraient intéressants à mener dans l’optique de mesurer l’impact du procédé/traitement thermique sur la pente de la courbe de Wöhler.

L’analyse des essais d’auto-échauffement de façon empirique n’est pas satisfaisante pour toutes les configurations testées. Pour les matériaux forgés et celui produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C-3h, les résultats sont très encourageants avec des différences inférieures à 10% (respectivement 7 et 3%).

Malheureusement, l’acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED (brut de fabrication) montre un écart bien plus important et non-négligeable. Ce constat pouvait être attendu, au vu des hypothèses d’utilisation du dépouillement empirique d’un essai d’auto-échauffement et des précautions à prendre pour un matériau aussi hétérogène. Pour le produit LP-DED brut de fabrication, une étude de modélisation

spécifique serait nécessaire pour mieux comprendre les résultats d'essais d'auto-échauffement et appréhender le comportement en fatigue de ce dernier.

Ainsi pour aller plus loin, il paraît intéressant de réaliser une modélisation des essais d'auto-échauffement. Celle-ci permettrait une analyse plus fines vis-à-vis des résultats obtenus, et d'établir un lien rationnel entre la microstructure biphasique et la limite de fatigue d'un acier inoxydable super duplex. Dans la suite, le brut de fabrication par procédé LP-DED est mis de côté, car sa microstructure très hétérogène peut cacher un comportement très différent (comme les essais d'auto-échauffement ont pu le montrer) du matériau forgé ou LP-DED traité thermiquement, sur lesquels l'attention est portée. Dans le prochain chapitre, il sera question de développer un modèle prenant en compte les différences de comportement entre la ferrite et l'austénite, afin d'analyser au mieux les essais d'auto-échauffement réalisés, et de pouvoir prévoir l'auto-échauffement d'un acier inoxydable duplex en fonction de sa proportion ferrite/austénite.

Chapitre 5

Modélisation du comportement dissipatif sous chargement cyclique de faible amplitude

5.1 Introduction

Il est question dans ce chapitre de modéliser le comportement dissipatif de l'acier inoxydable super duplex 2507 lorsqu'il est soumis à un chargement cyclique, essai présenté dans la section 4.4. Il existe différentes manières de développer la modélisation des essais d'auto-échauffement (présentées dans la section 5.2), notamment dans la manière de décrire l'apparition graduelle de la microplasticité, ou les différents mécanismes en œuvre.

Chacune des philosophies de travail possède ses avantages et ses inconvénients. À partir du modèle déterministe à deux échelles présenté au chapitre précédent, certains vont décrire l'évolution graduelle de la microplasticité en pilotant la taille de l'inclusion [Charkaluk and Constantinescu, 2009], quand d'autres proposent d'utiliser un processus ponctuel de Poisson [Doudard et al., 2005].

Cependant à chaque fois c'est l'énergie de dissipation intrinsèque du matériau qui est considéré comme l'élément de corrélation entre le modèle et l'expérience dans le cadre de l'auto-échauffement. Celle-ci relie l'élévation de température observée lors de l'essai au comportement mécanique du matériau.

Le but de ce chapitre est d'utiliser une modélisation du comportement différente de celles existantes dans les modélisations de la littérature, en se focalisant préférentiellement sur une description issue de la physique du matériau tout en rendant compte d'une plasticité croissante en son sein, pour effectuer le lien entre comportement et échauffement.

Étant donné que le matériau étudié est biphasique, il semble intéressant de rendre compte de l'influence de sa microstructure en distinguant ses deux phases : la ferrite et l'austénite. La modélisation proposée se concentre donc sur un comportement homogénéisé à deux phases, sans évolution progressive du comportement de la population de grains à l'intérieur de chaque phase comme proposée par [Munier, 2012].

Le but visé est de se rapprocher au plus près des résultats expérimentaux en modifiant les paramètres du modèle tout en gardant des ordres de grandeurs physiques sur ces derniers. Avec ce modèle, l'attention de la corrélation est plutôt portée sur les derniers paliers de sollicitations de l'essai, les premiers étant plus difficiles à obtenir sans une population statistique de grains ayant des variations de limite d'élasticité au sein de chaque phase.

Ce chapitre commence donc par une rapide revue bibliographique des modèles développés pour les essais d'auto-échauffement. Il s'en suit le développement de la résolution de l'équation de la chaleur dans le cadre d'essais d'auto-échauffement, ainsi que la présentation du modèle utilisé pour ces travaux. Une étude de sensibilité des paramètres est après menée sur les valeurs de l'écroutissage isotrope et de l'énergie de dissipation intrinsèque. Avant de conclure, une corrélation entre le modèle et l'essai expérimental d'auto-échauffement sur le matériau imprimé et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures est réalisée.

5.2 Bibliographie

L'un des premiers modèles développés pour décrire un essai d'auto-échauffement est le modèle déterministe, rapidement décrit dans la partie 4.4.1 [Doudard, 2004]. Ce modèle à deux échelles en a appelé d'autres.

5.2.1 Impact du schéma d'homogénéisation

À partir d'un VER formé d'une matrice élastique et une inclusion élasto-plastique, comme pour le modèle déterministe, [Charkaluk and Constantinescu, 2009] ont travaillé sur l'impact du schéma d'homogénéisation au niveau du passage entre les échelles macroscopique et mésoscopique. La loi de localisation est exprimée alors de la façon suivante

$$\underline{\underline{\sigma}} = \underline{\underline{\Sigma}} - \underline{\underline{C}}^* : (\underline{\underline{\epsilon}}^p - \underline{\underline{E}}^p) \quad (5.1)$$

où :

- $\underline{\underline{\sigma}}$: la contrainte à l'échelle mésoscopique ;
- $\underline{\underline{\Sigma}}$: la contrainte à l'échelle macroscopique ;
- $\underline{\underline{\epsilon}}^p$: la déformation plastique à l'échelle mésoscopique ;
- $\underline{\underline{E}}^p$: la déformation plastique à l'échelle macroscopique ;
- $\underline{\underline{C}}^*$: le tenseur "de localisation" d'ordre 4.

C'est sur le tenseur "de localisation" que les modifications sont portées. Les schémas de Lin-Taylor et Kröner [Kröner, 1961, Berveiller and Zaoui, 1978] sont comparés du point de vue de la dissipation qu'ils peuvent induire. En fonction du schéma d'homogénéisation, le tenseur $\underline{\underline{C}}^*$ est défini comme :

- pour le schéma de Lin-Taylor : $\underline{\underline{C}}^* = \underline{\underline{C}}$, où $\underline{\underline{C}}$ est le tenseur d'ordre 4 des modules d'élasticité ;
- pour le schéma de Kröner : $\underline{\underline{C}}^* = \underline{\underline{C}} : \left(\underline{\underline{I}} - \underline{\underline{P}} : \underline{\underline{C}} \right)$, où $\underline{\underline{P}}$ est le tenseur de Hill.

La figure 5.1(a) présente l'évolution de la température pour les deux modèles, dans le cadre d'essai utilisé par [Boulanger, 2004], à savoir un rapport de charge égal à -1 et une fréquence de sollicitation de 50 Hz, pour une amplitude de contrainte de 150 MPa. Les températures atteintes diffèrent en fonction du schéma choisi, avec un modèle de Lin-Taylor proposant une élévation plus faible de la température que celui de Kröner. Cependant les deux schéma d'homogénéisation conservent un effet identique du couplage thermo-élastique (illustré par la largeur de bande sur la figure 5.1(a)).

Dans le but d'obtenir une augmentation plus progressive de la température par rapport au premier modèle déterministe présenté [Doudard, 2004], une variation est apporté quant à la fraction volumique considérée pour l'inclusion. Cette dernière va être modifiée en fonction de l'amplitude de chargement, et ceci à partir des travaux de [Cugy and Galtier, 2002]. Il y est montré que la surface présentant des bandes de glissement augmente avec l'amplitude de contrainte appliquée lors d'essai de fatigue à R=-1. L'inclusion est assimilée à la surface occupée par les bandes de glissement, et donc une augmentation de la fraction volumique de celle-ci est ajoutée dans le modèle.

L'ensemble des modifications est appliqué et le résultat au niveau des modèles est observable figure 5.1(b). Sur cette figure, une comparaison entre les courbes d'autoéchauffement obtenues à partir des modèles (Kröner et Lin-Taylor) et celles obtenues expérimentalement par [Boulanger, 2004] est présentée. Les modèles développés permettent bien de reproduire une élévation plus douce de la température en fonction de la sollicitation, amélioration obtenue par l'intermédiaire de la variation de la fraction volumique de l'inclusion.

[Charkaluk and Constantinescu, 2009] notent une bonne cohérence des valeurs de température pour de faibles niveaux de sollicitation entre les modèles et l'essai expérimental, par contre à hauts niveaux de contrainte la concordance entre les deux n'est pas maintenue. Avec ces modèles, une description précise à la fois des faibles et des fortes sollicitations n'est pas envisageable.

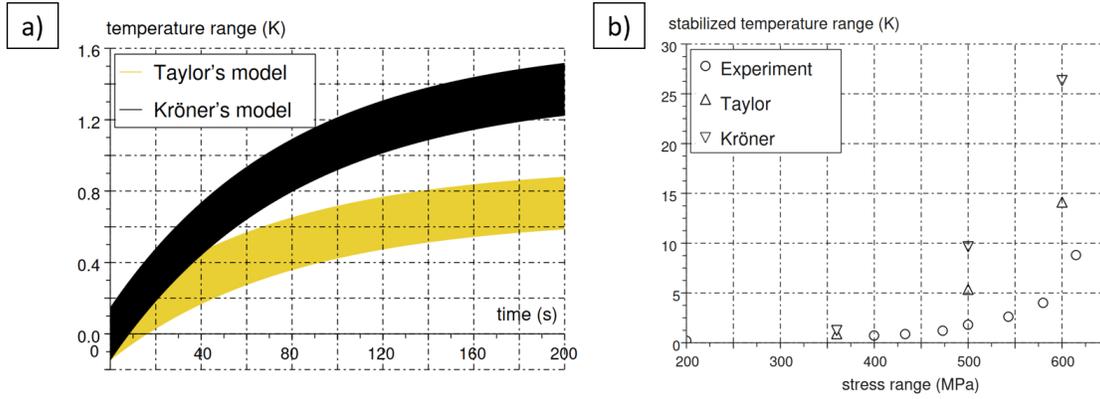


FIGURE 5.1 – (a) Modélisation de l'évolution de la température pendant un chargement cyclique (180 MPa, $R=-1$, 50 Hz) en fonction du schéma d'homogénéisation et (b) Comparaison des modélisations de l'évolution des températures stabilisées en fonction du chargement, à partir des données expérimentales de [Boulangier, 2004].

5.2.2 Modèle probabiliste à deux échelles

En parallèle, [Doudard et al., 2005] mettent en place une stratégie d'apparition progressive de la microplasticité. Cette fois, il n'est plus question de représenter une seule inclusion mais plutôt une population d'inclusions possédant les mêmes propriétés que dans le modèle déterministe [Doudard, 2004], à l'exception près que leur limite d'élasticité est variable. Une approche probabiliste est donc amenée dans ce modèle, en supposant que l'activation des inclusions, et donc indirectement leur limite d'élasticité, suit un processus ponctuel de Poisson. L'expression de la température moyenne stabilisée pour une sollicitation cyclique donnée en suivant l'approche 0D est alors donnée par

$$\bar{\theta}^{0D} = \frac{\eta V_0}{(m+1)(m+2)} \frac{\Sigma_0^{m+2}}{V_0 S_0^m}, \quad (5.2)$$

où :

- ηV_0 : un paramètre matériau ;
- m : le module de Weibull ;
- Σ_0 : la contrainte appliquée ;
- S_0 : le paramètre d'échelle du modèle de Weibull.

Ce modèle rend l'expression légèrement plus complexe, avec notamment trois paramètres à identifier à partir de l'essai d'auto-échauffement, ηV_0 , m et $V_0 S_0^m$, mais montre une meilleure corrélation modèle-essai comme illustré figure 5.2. À l'inverse des modèles présentés dans [Charkaluk and Constantinescu, 2009], le modèle probabiliste à deux échelles permet de bien décrire l'augmentation de la température pour des fortes amplitudes, cependant il semble sous-évaluer légèrement la température stabilisée pour des sollicitations plus faibles (l'ajout d'un régime primaire d'auto-échauffement permet d'améliorer cela comme montré dans [Munier, 2012]).

5.2.3 Modèle polycristallin avec deux mécanismes

Le dernier modèle abordé dans cette bibliographie est le modèle polycristallin avec deux mécanismes, basé sur une vision micromécanique du problème à décrire, mis entre autre en avant dans les travaux de thèse de [Mareau, 2007]. Dans ce modèle le VER considéré est un agrégat de grains établi à partir du comportement d'un grain. Les deux mécanismes intervenant dans le modèle sont des ingrédients qui doivent permettre pour l'un d'identifier les faibles dissipations lors d'un essai d'auto-échauffement, et pour l'autre de décrire la dissipation pour des sollicitations plus importantes.

Le premier ingrédient utilisé est le mouvement anélastique des dislocations, c'est-à-dire que celui-ci est réversible mécaniquement mais pas thermodynamiquement. Le second ingrédient, utilisé pour des contraintes plus élevées, est la microplasticité cristalline.

Les résultats obtenus sont très intéressants dans le cadre de l'étude initiale, cependant l'emploi de ce modèle nécessite une connaissance très fine du matériau étudié, à l'échelle du grain. De plus, des problèmes de

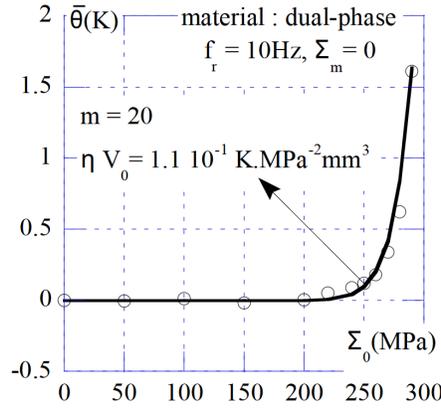


FIGURE 5.2 – Identification des paramètres ηV_0 , m et $V_0 S_0^m$ pour un acier dual-phase ($R=-1$, 10 Hz).

cohérence apparaissent car le modèle dépend de la fréquence de sollicitation, ce qui est en contradiction avec les résultats expérimentaux.

Les deux prochaines parties visent à établir le lien entre l’essai d’auto-échauffement et la modélisation du comportement mécanique. Pour cela, il sera question de définir le lien entre l’énergie de dissipation intrinsèque et les mesures d’auto-échauffement (en passant par la résolution de l’équation de la chaleur appliquée à l’essai d’auto-échauffement), et les éléments relatifs au modèle de comportement utilisé pour modéliser cette dissipation.

5.3 Résolution de l’équation de la chaleur dans le cadre spécifique d’essai d’auto-échauffement

La résolution de l’équation de la chaleur est la base de la modélisation d’un essai d’auto-échauffement. En effet, elle est nécessaire pour relier un chargement mécanique à une dissipation et donc à l’auto-échauffement.

5.3.1 Équation de la chaleur sous forme locale

Premier principe de la thermodynamique

Le premier principe de la thermodynamique s’écrit à l’échelle globale (sur un système Ω) de la façon suivante

$$\frac{d}{dt} (E + K) = P_e + \dot{Q} \quad (5.3)$$

où :

- E : Énergie interne du système Ω ;
- K : Énergie cinétique du système Ω ;
- P_e : Puissance développée par les efforts externes au système Ω ;
- \dot{Q} : Taux de chaleur reçue par le système Ω .

À partir du Principe de Puissances Virtuelles (PPV), on peut écrire P_e pour un milieu continu tel que [Germain, 1986]

$$P_e = \int_{\Omega} \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} dV + \frac{dK}{dt}, \quad (5.4)$$

$\underline{\underline{\sigma}}$ désigne le tenseur des contraintes et vérifie

$$\begin{cases} \text{div}(\underline{\underline{\sigma}}) + \underline{\underline{f}} = \rho_v \underline{\underline{\gamma}} \\ \underline{\underline{\sigma}} \cdot \underline{\underline{n}} = \underline{\underline{T}} \end{cases}, \quad (5.5)$$

où \underline{f} sont les forces extérieures appliquées au système, $\underline{\gamma}$ son accélération, \underline{n} la normale à la frontière $\partial\Omega$ de Ω dirigée vers l'extérieur du système et \underline{T} les efforts surfaciques auxquels il est soumis.

Le taux de chaleur reçue \dot{Q} peut se décomposer en deux parties, une première relative au rayonnement r et la seconde à la diffusion de chaleur exprimée avec le flux de diffusion \underline{q} . En intégrant sur le volume Ω étudié, on obtient

$$\dot{Q} = \int_{\Omega} (r - \text{div}(\underline{q})) dV. \quad (5.6)$$

Premier principe de la thermodynamique local

En réécrivant 5.3 avec les expressions 5.4 et 5.6, on arrive aux égalités suivantes

$$\begin{aligned} \frac{dE}{dt} + \frac{dK}{dt} &= \int_{\Omega} \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} dV + \frac{dK}{dt} + \int_{\Omega} (r - \text{div}(\underline{q})) dV \\ \Leftrightarrow \frac{dE}{dt} &= \int_{\Omega} \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} dV + \int_{\Omega} (r - \text{div}(\underline{q})) dV. \end{aligned} \quad (5.7)$$

On peut exprimer l'énergie interne E du système Ω à partir d'une énergie interne locale spécifique e , de telle sorte que : $\frac{dE}{dt} = \int_{\Omega} \rho_v \frac{de}{dt} dV = \int_{\Omega} \rho_v \dot{e} dV$, ce qui donne

$$\int_{\Omega} \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} dV + \int_{\Omega} (r - \text{div}(\underline{q})) dV - \int_{\Omega} \rho_v \frac{de}{dt} dV = 0. \quad (5.8)$$

En écrivant localement l'équation 5.8, on recueille finalement l'équation locale du premier principe de la thermodynamique (équation 5.9)

$$\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + r - \text{div}(\underline{q}) - \rho_v \dot{e} = 0. \quad (5.9)$$

Second principe de la thermodynamique

Le second principe de la thermodynamique s'écrit

$$\frac{dS}{dt} \geq \frac{\dot{Q}}{T} \quad ; \quad \text{avec } S \text{ l'entropie du système } \Omega. \quad (5.10)$$

De la même manière que pour l'énergie interne, on peut écrire la dérivée de l'entropie comme $\frac{dS}{dt} = \int_{\Omega} \rho_v \dot{s} dV$. En réutilisant l'équation 5.6, puis en exprimant le second principe de la thermodynamique localement, on arrive à l'inégalité suivante

$$\rho_v \dot{s} - \frac{r}{T} + \text{div}\left(\frac{\underline{q}}{T}\right) \geq 0. \quad (5.11)$$

On développe ensuite le dernier terme de l'inéquation précédente $\text{div}\left(\frac{\underline{q}}{T}\right) = \frac{\text{div}(\underline{q})}{T} - \frac{\underline{q}}{T^2} \cdot \underline{\nabla}T$.

On obtient alors le second principe local de la thermodynamique après la multiplication de tous les termes par la température T ,

$$\rho_v T \dot{s} - r + \text{div}(\underline{q}) - \frac{\underline{q}}{T} \cdot \underline{\nabla}T \geq 0. \quad (5.12)$$

Inéquation de Clausius Duheim

L'inéquation de Clausius Duheim permet d'écrire d'une manière différente le second principe en utilisant l'équation associée au premier principe. Il faut pour cela sommer les équations locales du premier (5.9) et second (5.12) principes de la thermodynamique :

$$\begin{aligned}
 \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + r - \operatorname{div}(\underline{q}) - \rho_v \dot{e} + \rho_v T \dot{s} - r + \operatorname{div}(\underline{q}) - \frac{\underline{q}}{T} \cdot \underline{\nabla} T &\geq 0 \\
 \Leftrightarrow \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \rho_v \dot{e} + \rho_v T \dot{s} - \frac{\underline{q}}{T} \cdot \underline{\nabla} T &\geq 0 \\
 \Leftrightarrow \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} + \rho_v (T \dot{s} - \dot{e}) - \frac{\underline{q}}{T} \cdot \underline{\nabla} T &\geq 0.
 \end{aligned} \tag{5.13}$$

On introduit alors ici une nouvelle fonction d'état : l'énergie libre de Helmholtz Ψ telle que $\Psi = e - Ts$. Ce choix va permettre ensuite de lier l'énergie et le comportement mécanique. La dérivée de cette énergie libre en fonction du temps donne $\dot{\Psi} = \dot{e} - T\dot{s} - s\dot{T}$, ce qui en réinjectant cette expression dans l'inégalité au-dessus permet d'établir l'inéquation de Clausius Duheim comme

$$\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \rho_v (\dot{\Psi} + s\dot{T}) - \frac{\underline{q}}{T} \cdot \underline{\nabla} T \geq 0. \tag{5.14}$$

Établissement du potentiel de dissipation

En reprenant l'équation de Clausius Duheim (équation 5.14), on peut distinguer deux parties dans le membre gauche : la dissipation "thermique" $\left(-\frac{\underline{q}}{T} \cdot \underline{\nabla} T\right)$ et la dissipation dite "intrinsèque" $\left(\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \rho_v (\dot{\Psi} + s\dot{T})\right)$. Si chacun de ces deux termes est positif ou nul, alors l'équation de Clausius Duheim est vérifiée, et plus généralement les principes de la thermodynamique seront respectés, dans le cadre que l'on se donne ici (même si d'autres cas pourraient convenir).

Pour l'expression relative à la dissipation thermique du matériau, il est important de revenir sur la loi de Fourier, qui établit que la densité du flux de chaleur \underline{q} est proportionnelle au gradient de température, ce qui s'écrit

$$\underline{q} = -k \underline{\nabla} T, \tag{5.15}$$

avec k la constante (≥ 0) de conductivité thermique du matériau (pour un cas isotrope).

En implémentant la loi de Fourier (5.15) dans l'expression associée à la dissipation thermique du matériau, on en déduit que ce dernier est forcément positif. Il ne reste alors plus qu'à montrer que la dissipation intrinsèque est positive ou nulle pour pouvoir valider l'admissibilité thermodynamique du système étudié. Pour rappel, on cherche à savoir si

$$\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \rho_v (\dot{\Psi} + s\dot{T}) \geq 0. \tag{5.16}$$

L'énergie libre de Helmholtz Ψ est par construction $\Psi(\underline{\underline{\epsilon}}, T, V_k)$, c'est-à-dire respectivement dépendant de la déformation du système, de sa température et des différentes variables internes qui sont introduites pour décrire son comportement mécanique.

À partir d'ici, les hypothèses d'étude vont s'affiner. On se place désormais dans le cadre d'un matériau métallique qui présente à la fois de l'élasticité et de la plasticité. La déformation totale $\underline{\underline{\epsilon}}$ s'exprime donc comme la somme d'une déformation élastique $\underline{\underline{\epsilon}}^e$ et d'une déformation plastique $\underline{\underline{\epsilon}}^p$: $\underline{\underline{\epsilon}} = \underline{\underline{\epsilon}}^e + \underline{\underline{\epsilon}}^p$. L'énergie libre Ψ peut alors s'écrire

$$\Psi = \Psi_e(\underline{\underline{\epsilon}}^e, T) + \Psi_p(\underline{\underline{\epsilon}}^p, T, V_k) = \Psi_e(\underline{\underline{\epsilon}}^e, T) + \Psi_p(T, V_k), \tag{5.17}$$

car $\underline{\underline{\epsilon}}^p$ peut être considérée comme une des variables internes V_k .

En reprenant l'équation 5.16, on obtient

$$\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \rho_v \left(\dot{\Psi}_e + \dot{\Psi}_p + s\dot{T} \right) \geq 0, \quad (5.18)$$

où

$$\begin{cases} \dot{\Psi}_e = \frac{\partial \Psi_e}{\partial \underline{\underline{\epsilon^e}}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}^e}} + \frac{\partial \Psi_e}{\partial T} \dot{T} \\ \dot{\Psi}_p = \frac{\partial \Psi_p}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi_p}{\partial V_k} \dot{V}_k \end{cases}. \quad (5.19)$$

On en déduit alors l'inégalité suivante qui doit être vérifiée pour garantir l'admissibilité thermodynamique du comportement mécanique

$$\left(\underline{\underline{\sigma}} - \rho_v \frac{\partial \Psi_e}{\partial \underline{\underline{\epsilon^e}}} \right) : \underline{\underline{\dot{\epsilon}^e}} + \underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}^p}} - \rho_v \left(\frac{\partial (\Psi_e + \Psi_p)}{\partial T} + s \right) \dot{T} - \rho_v \frac{\partial \Psi_p}{\partial V_k} \dot{V}_k \geq 0. \quad (5.20)$$

Des situations expérimentales très spécifiques permettent de simplifier cette équation. Dans un premier temps, on se place dans un cadre de réversibilité des déformations (pas de plasticité : $\underline{\underline{\epsilon^p}} = \underline{\underline{0}}$ ni de variation des variables internes : $\dot{V}_k = 0$) à température uniforme ($\underline{\underline{\nabla T}} = \underline{\underline{0}}$) et constante ($\dot{T} = 0$). Comme l'inégalité précédente doit être vérifiée quel que soit le signe de $\underline{\underline{\dot{\epsilon}^e}}$, il vient

$$\underline{\underline{\sigma}} = \rho_v \frac{\partial \Psi_e}{\partial \underline{\underline{\epsilon^e}}} = \rho_v \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon^e}}}. \quad (5.21)$$

L'égalité $\frac{\partial \Psi_e}{\partial \underline{\underline{\epsilon^e}}} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon^e}}}$ provient de la construction de Ψ où seule la partie élastique Ψ_e est dépendante de la déformation élastique $\underline{\underline{\epsilon^e}}$. Cette équation peut se généraliser et l'équation 5.20 devient donc

$$\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}^p}} - \rho_v \left(\frac{\partial \Psi}{\partial T} + s \right) \dot{T} - \rho_v \frac{\partial \Psi_p}{\partial V_k} \dot{V}_k \geq 0. \quad (5.22)$$

Dans un second temps, on considère maintenant un cadre réversible ($\underline{\underline{\epsilon^p}} = \underline{\underline{0}}$ et $\dot{V}_k = 0$) à une température uniforme ($\underline{\underline{\nabla T}} = \underline{\underline{0}}$) et non constante. On en déduit

$$s = - \frac{\partial \Psi}{\partial T}. \quad (5.23)$$

L'équation 5.22 se simplifie ainsi sous la forme suivante

$$\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}^p}} - \rho_v \frac{\partial \Psi_p}{\partial V_k} \dot{V}_k \geq 0. \quad (5.24)$$

Lors des deux cas précédents, une force thermodynamique a pu être associée avec une variable décrivant le comportement : le tenseur des contraintes $\underline{\underline{\sigma}}$ est ainsi associé au tenseur des déformations élastiques $\underline{\underline{\epsilon^e}}$ et l'entropie spécifique s avec la température T . Par analogie, on peut alors faire l'hypothèse (formule 5.25) qu'il existe une force thermodynamique A_k associée à chacune des variables internes V_k , telle que :

$$A_k = \rho_v \frac{\partial \Psi_p}{\partial V_k}. \quad (5.25)$$

L'équation finale (5.26) à vérifier est donc

$$\underline{\underline{\sigma}} : \underline{\underline{\dot{\epsilon}^p}} - \rho_v A_k \dot{V}_k \geq 0. \quad (5.26)$$

On peut alors montrer que s'il existe une fonction $w(\underline{\underline{\epsilon}}^p, V_k)$ convexe, positive et nulle en 0 ($w(\underline{\underline{\epsilon}}^p = 0, V_k = 0) = 0$), telle que

$$\begin{cases} \underline{\underline{\sigma}} = \frac{\partial w}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^p} \\ A_k = -\frac{\partial w}{\partial V_k} \end{cases}, \quad (5.27)$$

alors l'équation 5.26 est vérifiée [Halphen and Nguyen, 1975, Germain, 1986], et par extension l'admissibilité thermodynamique du modèle de comportement. On appelle $w(\underline{\underline{\epsilon}}^p, V_k)$ le potentiel de dissipation.

Ici sont posées les bases qui permettront de décrire la dissipation thermique du modèle mécanique. Il est maintenant nécessaire de faire de même pour l'aspect thermique du problème.

Équation de la chaleur

À partir de l'équation 5.9 reflétant la forme locale du premier principe de la thermodynamique, on cherche à établir l'écriture locale de l'équation de la chaleur. Dans l'équation 5.9, la dérivée de l'énergie interne spécifique doit être développée à l'aide de l'écriture de l'énergie libre de Helmholtz, ce qui donne

$$\begin{aligned} \dot{\Psi} &= \dot{\epsilon} - T\dot{s} - s\dot{T} \\ \Leftrightarrow \dot{\epsilon} &= \dot{\Psi} + T\dot{s} + s\dot{T}. \end{aligned} \quad (5.28)$$

À l'aide des équations 5.17 et 5.23, on parvient aux égalités suivantes

$$\begin{cases} \dot{\Psi} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \left(\frac{\partial \Psi}{\partial T} + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \right) \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \dot{V}_k \\ \dot{s} = -\frac{\partial \Psi}{\partial T} = -\frac{\partial}{\partial T} \left(\frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \dot{V}_k \right) \end{cases} \Leftrightarrow \begin{cases} \dot{\Psi} = \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \dot{V}_k \\ \dot{s} = -\left(\frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2} \dot{T} + \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial V_k} \dot{V}_k \right) \end{cases}. \quad (5.29)$$

En injectant toutes ces équations dans le premier principe local de la thermodynamique (équation 5.9), on obtient

$$\begin{aligned} \underline{\underline{\sigma}} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}} + r - \text{div}(\underline{\underline{q}}) - \rho_v \dot{\epsilon} &= 0 \\ \Leftrightarrow \underline{\underline{\sigma}} : (\dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p) + r - \text{div}(\underline{\underline{q}}) - \rho_v \left(\frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \frac{\partial \Psi}{\partial T} \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \dot{V}_k - T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e - T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2} \dot{T} - T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial V_k} \dot{V}_k + s\dot{T} \right) &= 0 \\ \Leftrightarrow \left(\underline{\underline{\sigma}} + \rho_v \frac{\partial \Psi}{\partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} \right) : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \underline{\underline{\sigma}} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p + r - \text{div}(\underline{\underline{q}}) - \rho_v \left[\left(\frac{\partial \Psi}{\partial T} + s \right) \dot{T} + \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \dot{V}_k - T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e - T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2} \dot{T} - T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial V_k} \dot{V}_k \right] &= 0 \\ \Leftrightarrow \underline{\underline{\sigma}} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p + r - \text{div}(\underline{\underline{q}}) - \rho_v A_k \dot{V}_k + \rho_v T \left[\frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2} \dot{T} + \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial V_k} \dot{V}_k \right] &= 0. \end{aligned} \quad (5.30)$$

En posant la chaleur spécifique $c = -T \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T^2}$, on définit alors l'équation de la chaleur sous forme locale, avec le terme source S_t , lié au comportement mécanique, que l'on souhaite déterminer dans la suite

$$\rho_v c \dot{T} + \text{div}(\underline{\underline{q}}) = \underline{\underline{\sigma}} : \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^p - \rho_v A_k \dot{V}_k + r + \rho_v T \left[\frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial \underline{\underline{\epsilon}}^e} \dot{\underline{\underline{\epsilon}}}^e + \frac{\partial^2 \Psi}{\partial T \partial V_k} \dot{V}_k \right] = \rho_v c S_t \quad (5.31)$$

5.3.2 Hypothèses et cadre d'étude pour un essai d'auto-échauffement

Pour appliquer l'équation locale de la chaleur à l'essai d'auto-échauffement dans le cadre d'une approche moyennée en espace (approche 0D, voir partie 4.4.1), certaines hypothèses sont considérées [Munier, 2012]

- La chaleur spécifique c est indépendante de la température ;
- Le rayonnement r est supposé constant tout au long de l'essai ;
- La convection interne négligeable ($\frac{d}{dt} = \frac{\partial}{\partial t}$) ;
- L'éprouvette est de forme cylindrique de rayon R et de hauteur L .

Le domaine d'étude, au vu de l'hypothèse faite sur la géométrie de l'éprouvette, est le suivant :

- $r \in [0; R]$;
- $\phi \in [0; 2\pi]$;
- $z \in [-L/2; L/2]$.

Équation de la chaleur - Approche 0D

Soit $V_{0D} = \pi R^2 L$ le volume considéré équivalent à l'éprouvette entière. L'équation de la chaleur intégrée sur V_{0D} donne

$$\begin{aligned} & \iiint_{V_{0D}} \rho_v c \frac{\partial T}{\partial t} dV + \iiint_{V_{0D}} \operatorname{div}(\underline{q}) dV = \iiint_{V_{0D}} \rho_v c S_t dV \\ \Leftrightarrow & V_{0D} \rho_v c \frac{\partial T}{\partial t} + \iiint_{V_{0D}} \operatorname{div}(\underline{q}) dV = V_{0D} \rho_v c S_{t0D} \\ \Leftrightarrow & \rho_v c \frac{\partial T}{\partial t} + \frac{1}{V_{0D}} \iiint_{V_{0D}} \operatorname{div}(\underline{q}) dV = \rho_v c S_{t0D}. \end{aligned} \quad (5.32)$$

Car l'on suppose la moyenne de la température et du terme source dans tout le volume V_0 . Grâce au théorème d'Ostrogradski, le terme relatif au flux de chaleur peut s'écrire

$$\iiint_V \operatorname{div}(\underline{q}) dV = \iint_{\partial V} \underline{q} \cdot \underline{n} dS, \quad (5.33)$$

où \underline{n} est le vecteur normal à la surface étudiée.

On a ici deux échanges dissociables (cf. figure 4.12)

- Le flux de chaleur échangé avec l'air extérieur sur la surface arrondie du cylindre (S_{arr}), de normale \underline{r} ;
- Le flux de chaleur échangé par le contact avec les mors sur les surface planes du cylindre (S_{pl}), de normale \underline{z} .

Pour le premier, il s'agit directement d'un flux convectif, on utilise alors la loi de Newton

$$\underline{q} = h_{conv}(T_{surface} - T_0)\underline{n}, \quad (5.34)$$

avec h_{conv} le coefficient d'échange thermique entre l'éprouvette et le milieu ambiant et T_0 la température du milieu ambiant.

Pour le second, le flux de chaleur se transmet par contact. Pour ce genre de transport thermique, il est régulièrement utilisé un coefficient de conductance de contact thermique h_{cond} substitué à h_{conv} dans un formalisme identique à celui précédemment énoncé [Munier, 2012].

On a donc le terme de flux de chaleur qui s'exprime par

$$\begin{aligned} & \iiint_{V_{0D}} \operatorname{div}(\underline{q}) dV = \iint_{\partial V_{0D}} \underline{q} \cdot \underline{n} dS \\ \Leftrightarrow & \iiint_{V_{0D}} \operatorname{div}(\underline{q}) dV = \iint_{S_{arr}} h_{conv}(T_{S_{arr}} - T_0)\underline{n} \cdot \underline{n} dS + \iint_{S_{pl}} h_{cond}(T_{S_{pl}} - T_0)\underline{n} \cdot \underline{n} dS \\ \Leftrightarrow & \iiint_{V_{0D}} \operatorname{div}(\underline{q}) dV = 2\pi RL \cdot h_{conv}(T_{S_{arr}} - T_0) + 2\pi R^2 \cdot h_{cond}(T_{S_{pl}} - T_0). \end{aligned} \quad (5.35)$$

Or la température est approximée à sa valeur moyenne dans tout V_0 , d'où : $T_{S_{arr}} = T_{S_{pl}} = T(t)$. Il vient

$$\begin{aligned}
\frac{1}{V_{0D}} \iiint_{V_{0D}} \text{div}(\underline{q}) dV &= \frac{1}{\pi R^2 L} \cdot [2\pi RL \cdot h_{conv}(T(t) - T_0) + 2\pi R^2 \cdot h_{cond}(T(t) - T_0)] \\
\Leftrightarrow \frac{1}{V_{0D}} \iiint_{V_{0D}} \text{div}(\underline{q}) dV &= \left[\frac{2 \cdot h_{conv}}{R} + \frac{2 \cdot h_{cond}}{L} \right] \cdot (T(t) - T_0) \\
\Leftrightarrow \frac{1}{V_{0D}} \iiint_{V_{0D}} \text{div}(\underline{q}) dV &= \frac{2 \cdot (h_{conv} \cdot L + h_{cond} \cdot R)}{RL} \cdot (T(t) - T_0).
\end{aligned} \tag{5.36}$$

Si l'on reprend l'hypothèse concernant la température de l'air ambiant autour de l'essai, on peut définir une nouvelle variable θ_{0D} telle que

$$\begin{cases} \theta_{0D}(t) = T(t) - T_0 \\ \frac{\partial \theta_{0D}(t)}{\partial t} = \frac{\partial [T(t) - T_0]}{\partial t} = \frac{\partial T(t)}{\partial t} \end{cases} \tag{5.37}$$

Ce qui permet de réécrire l'équation de la chaleur intégrée sur V_{0D} (5.32) à l'aide de l'équation 5.36 et de la définition de θ_{0D} :

$$\begin{aligned}
\rho_v c \frac{\partial T}{\partial t} + \frac{1}{V_{0D}} \iiint_{V_{0D}} \text{div}(\underline{q}) dV &= \rho_v c S_{t0D} \\
\Leftrightarrow \rho_v c \frac{\partial \theta_{0D}(t)}{\partial t} + \frac{2 \cdot (h_{conv} \cdot L + h_{cond} \cdot R)}{RL} \cdot \theta_{0D}(t) &= \rho_v c S_{t0D}.
\end{aligned} \tag{5.38}$$

Cette équation s'apparente à l'équation différentielle du premier ordre suivante

$$\frac{\partial \theta_{0D}(t)}{\partial t} + \frac{\theta_{0D}(t)}{\tau_{0D}} = S_{t0D}, \tag{5.39}$$

avec $\tau_{0D} = \frac{\rho_v c RL}{2 \cdot (h_{conv} \cdot L + h_{cond} \cdot R)}$.

Détermination du terme source moyen - Approche 0D

Si l'on suit une approche 0D, le terme source moyen peut être partitionné en deux, d'un côté l'énergie liée à la dissipation intrinsèque totale E_d^{tot} et de l'autre le couplage thermo-élastique s_{te} . Au cours d'un cycle de chargement mécanique, la valeur moyenne du couplage thermo-élastique s'annule. D'après [Doudard et al., 2005], on peut alors exprimer le terme source moyen sous la forme suivante

$$S_{t0D} = \frac{f_r}{\rho_v c} E_d^{tot}, \tag{5.40}$$

avec f_r la fréquence de chargement.

Expression de la température par palier de chargement

Lors d'un bloc de chargement cyclique, la différence de température est décrite de la manière suivante : $\theta_{0D}(t) = S_{t0D} \cdot \tau_{0D} \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau_{0D}}\right) \right]$, en supposant terme source cyclique constant. Un plateau est alors atteint en fin de bloc comme sur la figure 4.15(b). Celui-ci a pour expression

$$\begin{aligned}
\overline{\theta_{0D}} &= S_{t0D} \cdot \tau_{0D} \\
\Leftrightarrow \overline{\theta_{0D}} &= \frac{f_r}{\rho_v c} E_d^{tot} \tau_{0D}.
\end{aligned} \tag{5.41}$$

Expression de la dissipation intrinsèque totale

Au cours d'un cycle de chargement, dans les conditions de l'essai, l'énergie liée à la dissipation intrinsèque totale s'écrit donc en fonction de la température stabilisée comme

$$E_d^{tot} = \overline{\theta_{0D}} \frac{\rho_v c}{f_r \tau_{0D}} \quad (5.42)$$

Cette équation (5.42) va permettre de faire le lien entre les résultats expérimentaux, à savoir l'élévation de température observée lors de l'essai d'auto-échauffement et le comportement mécanique. Il nous faut donc proposer un modèle de comportement pour l'acier inoxydable super duplex étudié.

5.4 Modélisation du comportement mécanique du matériau

Dans cette partie, le choix du modèle est d'abord détaillé. L'approche choisie y est expliquée, en justifiant son adéquation avec le matériau étudié, puis le comportement élasto-visco-plastique utilisé pour le modèle est décrit.

Ensuite, la formulation de l'énergie libre de Helmholtz associée au comportement mécanique du modèle est présentée. Étant donné que l'érouissage isotrope utilisé (de type Kocks-Mecking) est peu documenté dans la littérature, cette partie de l'énergie libre de Helmholtz est développée plus en détail.

5.4.1 Choix du modèle

Approche utilisée

Plusieurs propositions de modèle peuvent être effectuées pour représenter le comportement de l'acier inoxydable super duplex 2507. La première option, la plus simple, serait de proposer un comportement macroscopique homogène mais au vu de la nature biphasique du matériau, l'intérêt est limité car des informations sur la nature de la matière seraient supprimées et rien ne différencierait ce choix de ceux de la littérature. Une deuxième option peut être de décrire le comportement mécanique du matériau de façon très fine à l'échelle cristalline, mais cela semble peu adapté à notre cas : nous n'avons pas d'informations précises sur le comportement en plasticité cristalline et nous cherchons par ailleurs à développer un outil à l'échelle de l'ingénieur.

Une troisième alternative est choisie dans ce manuscrit, plutôt originale vis-à-vis de la modélisation de l'essai d'auto-échauffement, en considérant un comportement homogène dans chaque phase et une homogénéisation globale comme décrite dans [Forre, 2015, Szmytka, 2016]. Une approche auto-cohérente est donc proposée, qui rend compte de la microstructure biphasique de l'acier inoxydable super duplex 2507. Le comportement mécanique de l'alliage dépend, dans cette approche, des caractéristiques propres de chacune des phases ainsi que de leur proportion volumique. Ce formalisme permet donc de bien prendre en compte l'aspect polyphasé du matériau, bisphasique dans le cas étudié, tout en se concentrant sur les propriétés mécaniques macroscopiques de l'alliage. Ce type d'approche a d'abord été développé par [Kröner, 1961] dans le cadre d'une modélisation d'un alliage polycristallin où tous les grains ayant une orientation cristallographique proche sont considérés comme un seul grain sphérique dans une matrice représentant le matériau global. Les deux phases présentent donc dans ce modèle, un comportement élasto-visco-plastique identique en terme d'équations constitutives mais avec des paramètres ajustables différents.

Le lien entre les deux phases (ferrite et austénite) et l'acier inoxydable super duplex dans son ensemble est réalisé grâce à une loi simple d'homogénéisation (équivalent à la loi des mélanges, équation 5.43) sur la vitesse de déformation inélastique

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}^{in}}} = P_F \underline{\underline{\dot{\epsilon}_F^{in}}} + (1 - P_F) \underline{\underline{\dot{\epsilon}_A^{in}}}, \quad (5.43)$$

avec $\underline{\underline{\dot{\epsilon}^{in}}}$, $\underline{\underline{\dot{\epsilon}_F^{in}}}$ et $\underline{\underline{\dot{\epsilon}_A^{in}}}$ la vitesse de déformation inélastique respectivement totale macroscopique, dans la ferrite et l'austénite et P_F la proportion de ferrite dans l'acier inoxydable duplex.

La répartition en deux phases, avec des déformations distinctes, entraîne une évolution des contraintes différente d'une phase à l'autre. Cette évolution des contraintes ($\underline{\underline{\Sigma}}_i$) dans chaque phase i ($i=F$ pour la ferrite et A pour l'austénite) est décrite par la loi de localisation, s'appuyant sur les travaux de [Hill, 1965, Hutchinson and Hill, 1966, Berveiller and Zaoui, 1978]

$$\underline{\underline{\Sigma}}_i = \underline{\underline{\Sigma}} + A_s \mu_i (\underline{\underline{\epsilon}}^{in} - \underline{\underline{\epsilon}}_i^{in}) \quad \text{où } i=\{A,F\}, \quad (5.44)$$

avec $\underline{\underline{\Sigma}}$ la contrainte totale macroscopique, A_s un paramètre matériau et μ_i le module de cisaillement de la phase i .

Modèle élasto-visco-plastique pour chaque phase

Pour la description du modèle, identique à chaque phase, il est considéré la phase i , où de manière générique i peut être remplacée par A dans le cas de la phase austénitique et F pour la phase ferritique.

Deux écrouissages sont utilisées pour modéliser la phase i : un écrouissage isotrope et un écrouissage cinématique. L'objectif est en effet ici de proposer un modèle accessible.

Pour l'écrouissage isotrope, un écrouissage de type Kocks-Mecking est choisi [Kocks and Mecking, 2003]. Pour ce type d'écrouissage, une densité de dislocation ρ choisie comme variable interne est reliée à p représentant la plasticité cumulée et est directement associée à l'écrouissage isotrope R . La densité de dislocation est une des grandeurs importantes qui marque une différence entre les phases en fonction du processus de fabrication (procédé et post-traitement) utilisé par élaborer l'acier étudié. Dans le cadre de notre proposition de modèle, cette donnée est donc à prendre en compte, ce qui justifie le choix de l'écrouissage. De plus, dans les travaux de [Salvetr et al., 2022], parmi les différences observées entre la ferrite et l'austénite, la densité de dislocation est l'une des plus notables. Il s'écrit alors comme

$$R_i = R_{0i} + M \alpha_{0i} \mu_i b_i \sqrt{\rho_{0i} + \rho_i}, \quad (5.45)$$

avec :

- R_i , la limite d'élasticité actuelle dans la phase i , prenant en compte l'état initial de la phase ;
- R_{0i} , l'écrouissage isotrope initial dans la phase i ;
- M , le facteur de Taylor, pris égal à 3,76 dans le cadre supposé d'une phase isotrope sans texture ;
- α_{0i} , un paramètre matériau associé à la phase i à identifier ;
- μ_i , le module de cisaillement de la phase i ;
- b_i , le vecteur de Burgers de la phase i ;
- ρ_i , la densité de dislocation dans la phase i ;
- ρ_{0i} , densité de dislocation initiale dans la phase i à identifier.

L'évolution de la densité de dislocation dans la phase i est établie de la façon suivante [Szymtka, 2016]

$$\dot{\rho}_i = \frac{M \times \dot{p}_i}{b_i} \times (k_{1i} \sqrt{\rho_{0i} + \rho_i} - k_{2i} b_i (\rho_{0i} + \rho_i)), \quad (5.46)$$

avec :

- p_i , la plasticité cumulée dans la phase i ;
- k_{1i} et k_{2i} , des paramètres matériau associés à la phase i à identifier.

Pour l'écrouissage cinématique, le choix s'est porté sur l'écrouissage cinématique non-linéaire de type Armstrong-Frederick. Il est écrit sous la forme

$$\underline{\underline{X}}_i = \frac{2}{3} C_i \underline{\underline{\alpha}}_i, \quad (5.47)$$

avec :

- $\underline{\underline{X}}_i$, la contrainte de l'écrouissage cinématique de la phase i (en MPa) ;
- $\underline{\underline{\alpha}}_i$, la variable associée à la contrainte de l'écrouissage cinématique de la phase i ;
- C_i , le module d'écrouissage associé à la phase i (en MPa).

L'évolution de $\underline{\alpha}_i$ est établie de la façon suivante

$$\underline{\dot{\alpha}}_i = \dot{p}_i \times \left(\frac{3}{2J_i} \underline{S}_i - \gamma_i \underline{\alpha}_i \right), \quad (5.48)$$

avec :

- \underline{S}_i , le tenseur déviatorique des contraintes dans la phase i ;
- $J_i = \sqrt{\frac{3}{2}(\underline{S}_i - \underline{X}_i) : (\underline{S}_i - \underline{X}_i)}$;
- γ_i , un paramètre matériau associé à la phase i .

La fonction critère dans la phase i suit la proposition de von Mises et est alors définie à partir des écrouissages et éléments précédemment présentés comme

$$f_i = \sqrt{\frac{3}{2}(\underline{S}_i - \underline{X}_i) : (\underline{S}_i - \underline{X}_i)} - R_i = J_i - R_i \leq 0. \quad (5.49)$$

Dans un souci de généralité, de facilité d'intégration et dans la continuité des travaux de [Forre, 2015], on propose de s'appuyer sur un comportement élasto-visco-plastique. L'évolution de la visco-plasticité cumulée \dot{p}_i dans la phase i est alors calculée grâce à une loi d'écoulement de type puissance [Norton, 1929] sous la forme

$$\dot{p}_i = \left\langle \frac{f_i}{K_i} \right\rangle_+^{n_i}, \quad (5.50)$$

avec :

- K_i et n_i , des paramètres matériau associés à la phase i , dépendant de la température ;
- $\langle d \rangle_+ = d \cdot H(d)$ où $H(d)$ correspond à la fonction de Heaviside telle que $H(d) = 0$ si $d < 0$ et $H(d) = 1$ si $d \geq 0$.

Les paramètres K_i et n_i sont ici définis de telle sorte que le comportement du matériau ne soit quasiment pas influencé par la viscosité à température ambiante. Pour un acier à température ambiante n_i est choisi égal à 5 [Frost and Ashby, 1982] et K_i est ajusté en conséquence à une valeur de 55.

Pour la suite, les évolutions pour la phase i de la déformation inélastique (pouvant ici être considérée comme la déformation plastique), de la densité de dislocation et de $\underline{\alpha}_i$ sont alors déterminés par

$$\begin{cases} \underline{\dot{\epsilon}}_i^{in} = \frac{3}{2} \frac{\dot{p}_i}{J_i} \underline{S}_i \\ \dot{\rho}_i = \frac{M \times \dot{p}_i}{b_i} \times (k_{1i} \sqrt{\rho_{0i} + \rho_i} - k_{2i} b_i (\rho_{0i} + \rho_i)) \\ \underline{\dot{\alpha}}_i = \dot{p}_i \times \left(\frac{3}{2J_i} \underline{S}_i - \gamma_i \underline{\alpha}_i \right) \end{cases} \quad (5.51)$$

Au vu du modèle utilisé, la dissipation intrinsèque dans la phase i se calcule de la façon suivante

$$\mathcal{D}_i = \underline{\Sigma}_i : \underline{\dot{\epsilon}}_i^{in} - \underline{X}_i : \underline{\dot{\alpha}}_i - R_i \times \dot{p}_i. \quad (5.52)$$

Une fois la démarche effectuée pour chacune des deux phases (ferrite et austénite), l'assemblage du modèle est effectué avec la loi simple d'homogénéisation décrite précédemment (équation 5.43) et la vitesse de déformation élastique totale est définie comme suit

$$\underline{\dot{\epsilon}}^e = \underline{\dot{\epsilon}}^{tot} - \underline{\dot{\epsilon}}^{in} \quad (5.53)$$

L'énergie totale de dissipation intrinsèque du matériau est aussi calculée à l'aide de la loi des mélanges suivante

$$\boxed{E_d^{tot} = P_F \mathcal{D}_F + (1 - P_F) \mathcal{D}_A} \quad (5.54)$$

5.4.2 Formulation de l'énergie libre de Helmholtz

Il est ici question de définir l'énergie libre de Helmholtz Ψ correspondant au modèle présenté précédemment. Ψ doit respecter les équations suivantes

$$\begin{cases} \underline{\sigma} = \rho_v \frac{\partial \Psi}{\partial \epsilon^e} \\ A_k = \rho_v \frac{\partial \Psi}{\partial V_k} \end{cases}, \quad (5.55)$$

pour tout A_k force thermodynamique associée à la variable interne V_k .

Le développement pour la partie de Ψ concernant l'écroissage isotrope de Kocks-Mecking est d'abord rédigé car peu détaillé dans la littérature scientifique, puis l'écriture globale de l'énergie libre de Helmholtz définie selon le modèle présenté juste avant est explicitée.

Écroissage isotrope de Kocks-Mecking

On cherche la partie de $\rho_v \Psi_i$ associé à l'écroissage isotrope de Kocks-Mecking de la phase i ($\rho_v \Psi_{iKM}$) tel que : $R_i = \rho_v \frac{\partial \Psi_i}{\partial p_i}$.

L'écroissage R_i est défini par

$$R_i = R_{0i} + M\alpha_{0i}\mu_i b_i \sqrt{\rho_i + \rho_{0i}}. \quad (5.56)$$

En dérivant par rapport au temps cette expression on obtient

$$\begin{aligned} \dot{R}_i &= M\alpha_{0i}\mu_i b_i \frac{\dot{\rho}_i}{2\sqrt{\rho_i + \rho_{0i}}} \\ \Leftrightarrow \dot{R}_i &= (M\alpha_{0i}\mu_i b_i)^2 \frac{\dot{\rho}_i}{2(R_i - R_{0i})}. \end{aligned} \quad (5.57)$$

Or l'évolution de la densité de dislocation dans la phase i ($\dot{\rho}_i$) se présente sous la forme

$$\dot{\rho}_i = \frac{M\dot{p}_i}{b_i} [k_{1i}\sqrt{\rho_i + \rho_{0i}} - k_{2i}b_i(\rho_i + \rho_{0i})]. \quad (5.58)$$

En intégrant cette relation dans l'équation 5.57, il vient

$$\begin{aligned} \dot{R}_i &= \frac{(M\alpha_{0i}\mu_i b_i)^2}{2} \frac{M\dot{p}_i}{b_i (R_i - R_{0i})} [k_{1i}\sqrt{\rho_i + \rho_{0i}} - k_{2i}b_i(\rho_i + \rho_{0i})] \\ \Leftrightarrow \dot{R}_i &= \frac{M\dot{p}_i (M\alpha_{0i}\mu_i b_i)^2}{2b_i (R_i - R_{0i})} \left[k_{1i} \frac{R_i - R_{0i}}{M\alpha_{0i}\mu_i b_i} - k_{2i}b_i \left(\frac{R_i - R_{0i}}{M\alpha_{0i}\mu_i b_i} \right)^2 \right] \\ \Leftrightarrow \dot{R}_i &= \frac{M\dot{p}_i}{2b_i} [k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i b_i - k_{2i}b_i(R_i - R_{0i})] \\ \Leftrightarrow \dot{R}_i &= \frac{M}{2} \dot{p}_i [k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i})] \\ \Leftrightarrow \frac{\dot{R}_i \times (-k_{2i})}{k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i})} &= \frac{M}{2} \dot{p}_i \times (-k_{2i}). \end{aligned} \quad (5.59)$$

Cette dernière égalité est alors intégrée par rapport au temps, ce qui s'écrit

$$\ln |k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i})| - \ln |k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i^{init} - R_{0i})| = -\frac{M}{2} k_{2i}(p_i - p_i^{init}) \quad (5.60)$$

avec

- R_i^{init} , l'écroissage isotrope initial dans phase i tel que $R_i^{init} = R_{0i} + M\alpha_{0i}\mu_i b_i \sqrt{\rho_{0i}}$;
- p_i^{init} , la plasticité cumulée initiale dans phase i (égale à zéro).

$$\begin{aligned} \Leftrightarrow \ln \left| \frac{k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i})}{k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i^{init} - R_{0i})} \right| &= -\frac{M}{2} k_{2i}p_i \\ \Rightarrow \left| \frac{k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i})}{k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i^{init} - R_{0i})} \right| &= \exp^{-\frac{M}{2} k_{2i}p_i} \\ \Leftrightarrow |k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i})| &= |k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i^{init} - R_{0i})| \exp^{-\frac{M}{2} k_{2i}p_i}. \end{aligned} \quad (5.61)$$

Or $k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i})$ et $k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i^{init} - R_{0i})$ sont de même signe, donc

$$\begin{aligned}
&\Leftrightarrow k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i - R_{0i}) = (k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i^{init} - R_{0i})) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p_i} \\
&\Leftrightarrow -k_{2i}(R_i - R_{0i}) = -k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i + (k_{1i}\alpha_{0i}M\mu_i - k_{2i}(R_i^{init} - R_{0i})) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p} \\
&\Leftrightarrow R_i - R_{0i} = \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i + \left(R_i^{init} - R_{0i} - \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i \right) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p} \\
&\Leftrightarrow R_i = R_{0i} + \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i + \left(R_i^{init} - R_{0i} - \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i \right) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p} \\
&\Leftrightarrow R_i = R_{0i} + \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i + \left(M\alpha_{0i}\mu_i b_i \sqrt{\rho_{0i}} - \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i \right) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p}.
\end{aligned} \tag{5.62}$$

Les limites lorsque la plasticité tend vers 0 et l'infini sont

$$\begin{cases} \lim_{p_i \rightarrow 0^+} R_i = R_{0i} + M\alpha_{0i}\mu_i b_i \sqrt{\rho_{0i}} = R_i^{init} \\ \lim_{p_i \rightarrow +\infty} R_i = R_{0i} + \alpha_{0i}M\mu_i \frac{k_{1i}}{k_{2i}} \end{cases}. \tag{5.63}$$

Soit $\rho_v \Psi_{iKM}$ la partie de $\rho_v \Psi$ associée à l'écroutissage isotrope de Kocks-Mecking pour la phase i , elle peut donc être écrite sous la forme

$$\rho_v \Psi_{iKM} = \left(R_{0i} + \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i \right) \cdot p_i - \frac{2}{Mk_{2i}} \left(M\alpha_{0i}\mu_i b_i \sqrt{\rho_{0i}} - \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i \right) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p_i}, \tag{5.64}$$

ce qui permet de vérifier

$$\frac{\partial \rho_v \Psi_{iKM}}{\partial p_i} = R_{0i} + \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i + \left(M\alpha_{0i}\mu_i b_i \sqrt{\rho_{0i}} - \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i \right) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p} = R_i. \tag{5.65}$$

Écriture complète de l'énergie libre de Helmholtz

En ajoutant la partie élastique et celle de l'écroutissage cinématique non-linéaire à l'expression de l'énergie libre d'Helmholtz associé à l'écroutissage isotrope de Kocks-Mecking (équation 5.64), l'expression complète de l'énergie libre de Helmholtz est obtenue (équation 5.66), et valide l'utilisation de ce modèle. L'aspect de viscosité n'est ici pas abordé car comme dit dans la section 5.4.1, il est négligeable à température ambiante.

$$\rho_v \Psi = \frac{1}{2} \underline{\underline{\epsilon}}_i^e : \underline{\underline{C}}_i : \underline{\underline{\epsilon}}_i^e + R_{0i} + \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i + \left(M\alpha_{0i}\mu_i b_i \sqrt{\rho_{0i}} - \frac{k_{1i}}{k_{2i}}\alpha_{0i}M\mu_i \right) \exp^{-\frac{M}{2}k_{2i}p} + \frac{4}{3} \underline{\underline{C}}_i \underline{\underline{\alpha}}_i : \underline{\underline{\alpha}}_i. \tag{5.66}$$

où $\underline{\underline{C}}_i$ est le tenseur d'élasticité d'ordre 4 de la phase i .

5.4.3 Relation modèle - essai d'auto-échauffement

Le pont entre le modèle mécanique et la thermique est dès lors réalisé à partir de l'énergie de dissipation intrinsèque, respectivement avec les équations 5.54 et 5.42, de la manière suivante

$$P_F \mathcal{D}_F + (1 - P_F) \mathcal{D}_A = \overline{\theta_{0D}} \frac{\rho_v c}{f_r \tau_{0D}} \tag{5.67}$$

Cette relation permet de comparer les données expérimentales à la modélisation du comportement mécanique. Avant d'optimiser les paramètres pour ajuster le modèle aux données de l'essai d'auto-échauffement

réalisé sur l'acier imprimé par procédé LP-DED et traité thermiquement (1200°C-3h), une étude de sensibilité est présentée. Cette étude vise à comprendre l'influence de chaque paramètre sur l'écroissage isotrope et, surtout, sur la dissipation. Une réalisation minutieuse de cette étape facilitera la recherche des paramètres optimaux.

5.5 Étude de sensibilité des paramètres du modèle

Une étude de sensibilité des différents paramètres du modèle est effectuée pour comprendre l'impact de chacun sur l'évolution de l'écroissage isotrope et de la dissipation intrinsèque. Dans ce cadre, uniquement la phase ferritique du matériau est considérée, mais les observations suivantes sont les mêmes quelque soit la phase observée. En raison de la construction du modèle, les paramètres étudiés auront un impact sur différents aspects de la modélisation

- L'écroissage isotrope : R_0 , α_0 , ρ_0 , k_1 et k_2 ;
- L'écroissage cinématique : C et γ ;
- La dissipation intrinsèque : R_0 , α_0 , ρ_0 , k_1 , k_2 , C et γ .

Les paramètres sont modifiés un à un, modulo pour le cas de C et γ dont un couplage des deux termes est aussi testé, par rapport à un jeu de paramètres de base. Ce jeu de paramètres initial est le suivant :

- $k_1 = 0,1$ [Szmytka, 2016]
- $k_2 = 60$ [Szmytka, 2016]
- $\rho_0 = 10^{12} \text{ m}^{-2}$ [Salvetr et al., 2022]
- $\alpha_0 = 0,6$ [Salvetr et al., 2022]
- $R_0 = 0 \text{ MPa}$ [Salvetr et al., 2022]
- $C = 165000 \text{ MPa}$ [Lemaitre et al., 2020]
- $\gamma = 50$ [Lemaitre et al., 2020]

Le chargement étudié avec le modèle est de la même forme que celui appliqué lors des essais d'auto-échauffement menés section 4.4, c'est-à-dire sous la forme de paliers de sollicitation à un rapport de charge $R=-1$. Les temps de repos sont cependant supprimés dans la consigne mécanique en entrée. Ce détail ne modifie pas la réponse donnée par le modèle car les calculs sont faits en deux temps, d'abord la réponse mécanique, puis le calcul de la dissipation sur le dernier cycle de chaque palier (qui est un cycle stabilisé). Les niveaux de contrainte étudiés évoluent de 25 en 25 MPa entre 50 et 250 MPa et puis de 10 en 10 MPa jusqu'à 410 MPa, soit la même consigne que celle de l'essai d'auto-échauffement sur le matériau imprimé par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures.

Un point d'intérêt à souligner est que les graphes présentés dans cette étude de sensibilité ne sont pas tous à la même échelle. La dissipation générée par les essais d'auto-échauffement est de l'ordre de grandeur de 100 kJ/m^3 , mais pour améliorer la visibilité des résultats, les valeurs du modèle durant l'étude peuvent être bien différentes (jusqu'à un ordre de grandeur en plus). Les valeurs sont celles obtenues à partir du dernier cycle de chargement de chaque palier, permettant d'analyser le résultat stabilisé que ce soit pour l'écroissage ou la dissipation intrinsèque.

Cette étude est divisée en deux parties, une première où l'influence des paramètres sur l'écroissage isotrope est étudié, et une seconde qui analyse les variations de dissipation intrinsèque en fonction des paramètres. L'évolution de l'écroissage cinématique ne va pas être explicité ici, car les paramètres de cet écroissage influencent principalement la dissipation, et leur impact sur l'écroissage en tant que tel est beaucoup moins important pour l'étude. L'écroissage isotrope va venir piloter le début de la dissipation, il va agir comme un "interrupteur" de la dissipation, quand l'écroissage cinématique agit plutôt sur la puissance de la dissipation.

5.5.1 Écrouissage isotrope : élément central de la dynamique de dissipation

La figure 5.3 affiche les variations induites par l'ajout d'un écrouissage isotrope initial (R_0) non nul sur le niveau de l'écrouissage isotrope une fois le comportement stabilisé atteint. Lorsque la valeur de R_0 augmente, l'évolution de cet écrouissage commence plus tardivement (pour de plus fortes sollicitations) tout en ayant une valeur initiale plus élevée, ce qui va dans le sens de la définition de R_0 , et le palier final de saturation de l'écrouissage est aussi plus élevé. L'écart entre la valeur initiale et finale de l'écrouissage isotrope restent le même pour toute valeur de R_0 , l'impact de ce dernier apparaît donc uniquement dans l'augmentation des valeurs absolues extrémales.

La figure 5.4 montrent l'évolution de l'écrouissage isotrope en fonction de α_0 . Sur la gamme de valeurs de α_0 étudiée, l'écrouissage isotrope tend vers une asymptote lorsque la contrainte imposée augmente. Plus α_0 est faible, plus la valeur saturée de l'écrouissage isotrope est faible et survient pour des contraintes moins importantes. D'un autre côté, α_0 impacte l'écrouissage isotrope initial de la phase, avec une augmentation de celui-ci lorsque α_0 augmente.

La figure 5.5 se concentre sur l'effet de la densité de dislocation initiale sur l'écrouissage isotrope. Comme attendu, plus la densité de dislocation initiale est importante, plus l'écrouissage isotrope l'est aussi. En revanche, une fois une contrainte suffisante atteinte pour générer une augmentation de l'écrouissage isotrope, la valeur de ρ_0 n'a plus d'importance.

Sur les figures 5.6 et 5.7, l'influence respective des coefficient k_1 et k_2 sur l'écrouissage isotrope est étudié. Ces derniers ont un effet semblable à α_0 , lorsque la valeur de k_1 augmente, ou k_2 diminue, l'écrouissage isotrope atteint une valeur asymptotique plus élevée et pour des contrainte plus importantes.

L'ensemble des résultats observés ici sont en accord avec les limites de R lorsque p tend vers 0 ou $+\infty$ (équation 5.63).

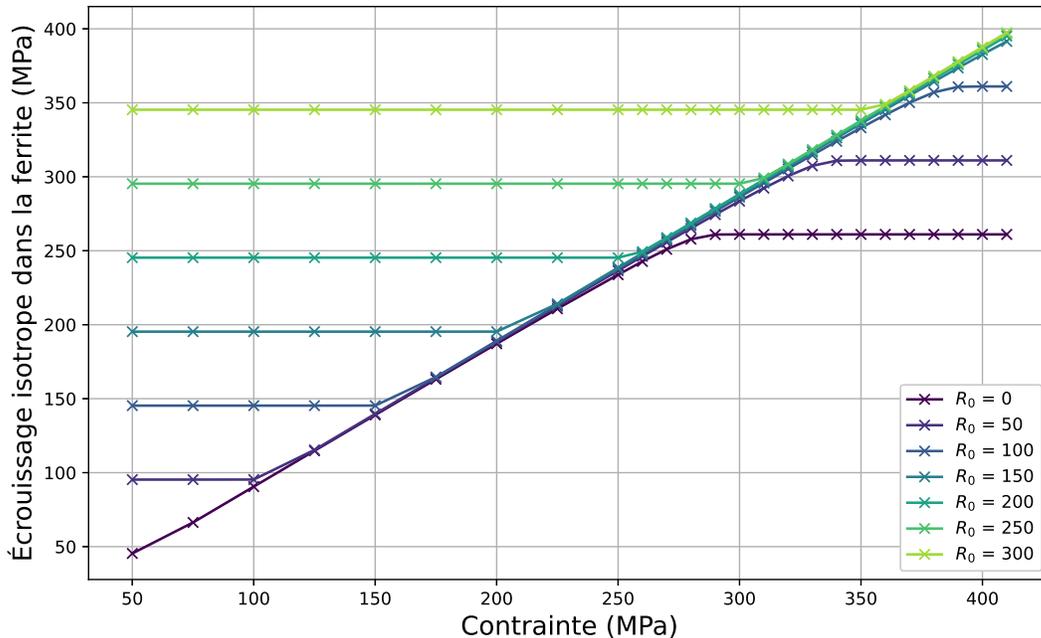


FIGURE 5.3 – Évolution de l'écrouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de R_0F (MPa).

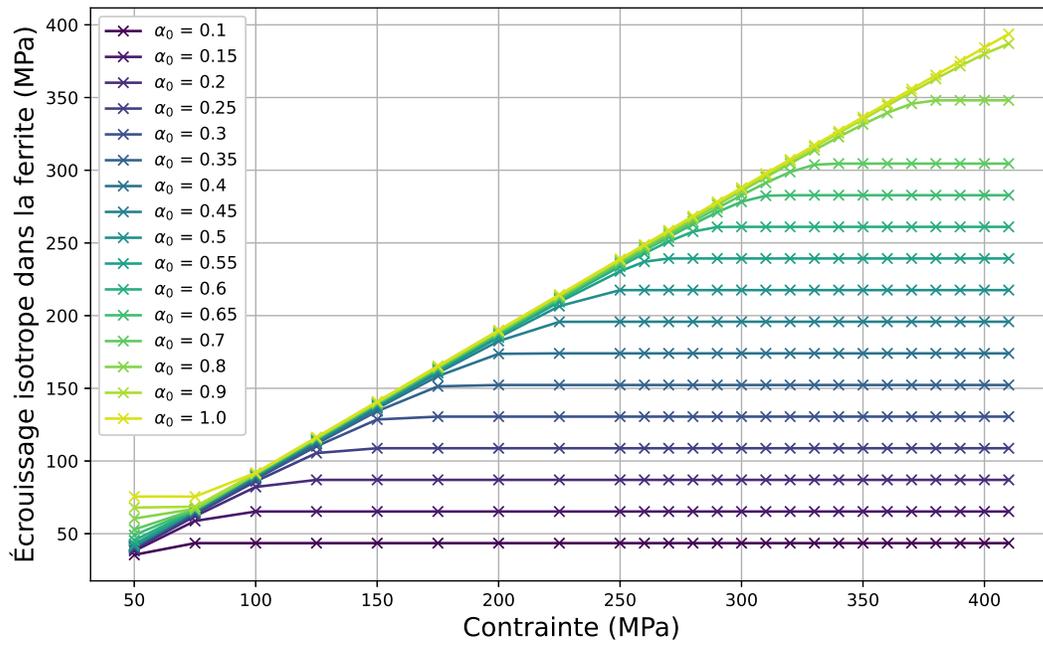


FIGURE 5.4 – Évolution de l'écrouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de α_{0F} .

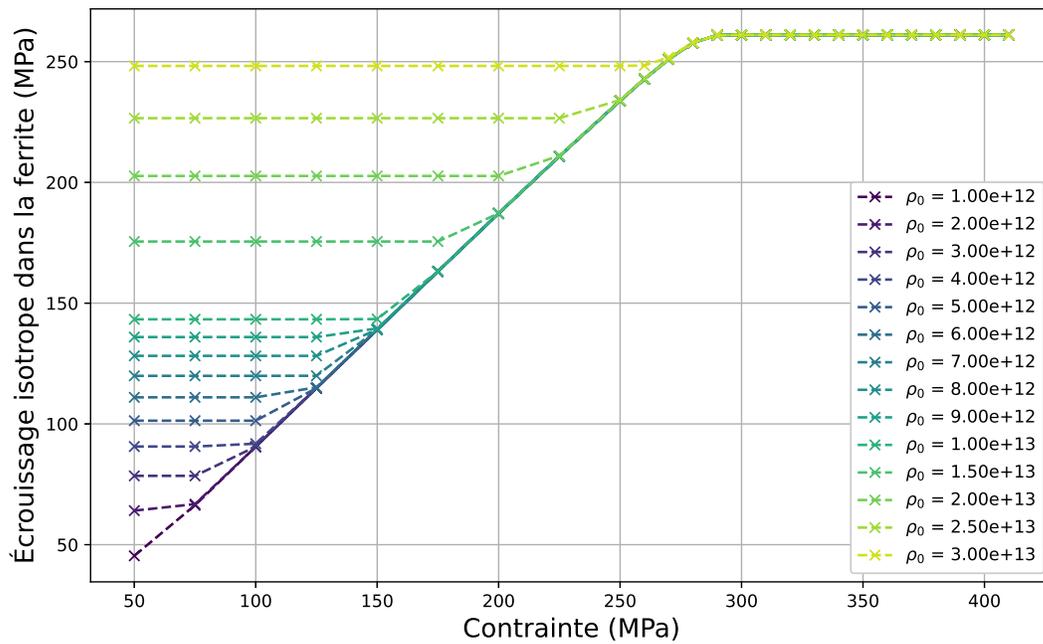


FIGURE 5.5 – Évolution de l'écrouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de la densité de dislocation initiale ρ_{0F} (m^{-2}).

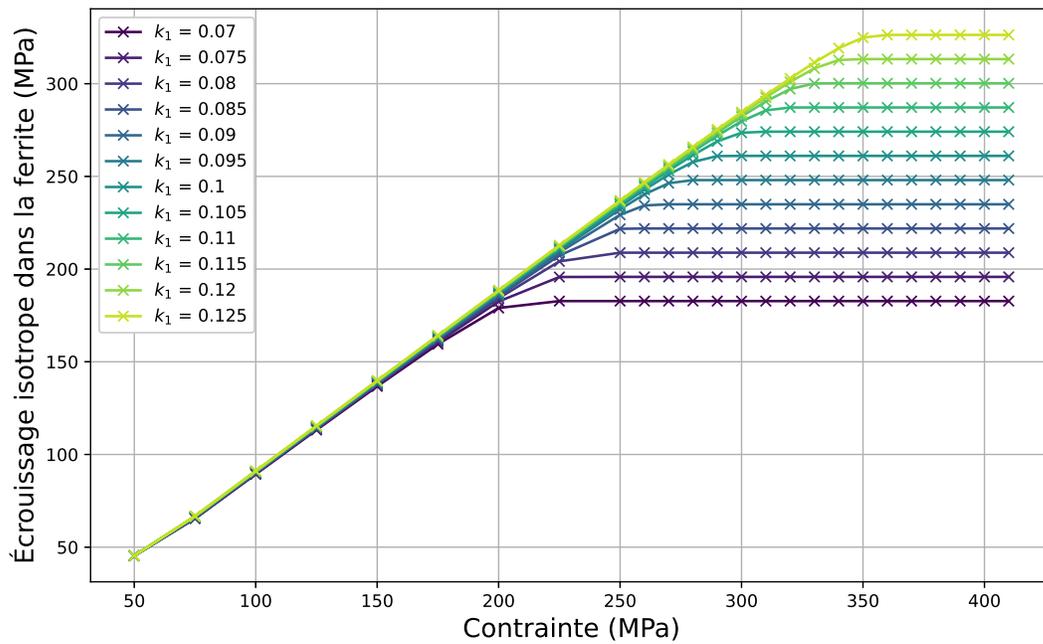


FIGURE 5.6 – Évolution de l'érouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de k_{1F} .

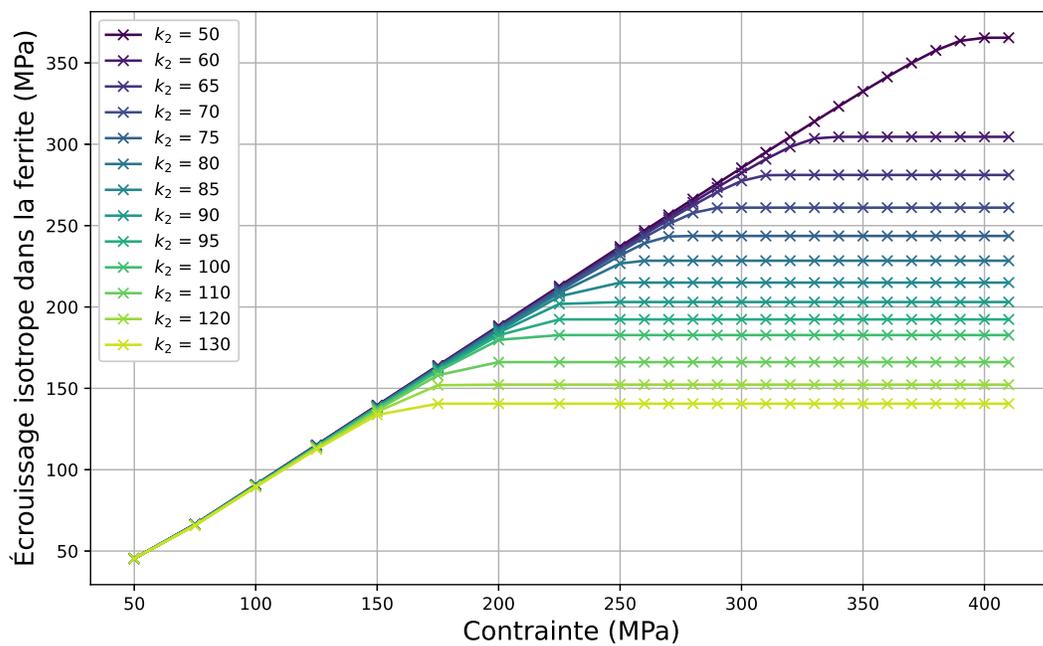


FIGURE 5.7 – Évolution de l'érouissage isotrope de la phase ferritique (R_F en MPa) en fonction de k_{2F} .

5.5.2 Dissipation intrinsèque

Les figures 5.8 et 5.9 montrent l'influence respectivement de R_0 et α_0 sur la dissipation intrinsèque de la phase. Dans les deux cas, lorsque les valeurs augmentent, la phase commence à dissiper pour des niveaux de sollicitation plus élevés. Par contre, aucune influence n'est à constater sur l'allure de la dissipation intrinsèque, ce qui signifie que la courbe contrainte-dissipation va juste être translatée vers les plus hauts niveaux de contraintes lorsque les valeurs R_0 et/ou α_0 augmentent. La dépendance de R_0 sur ce "décalage" est direct, c'est-à-dire qu'entre un R_0 égal à 0 et 50 MPa, le déclenchement de la dissipation intrinsèque va avoir lieu pour un palier de sollicitation décalé de 50 MPa par rapport à l'initial. Ceci n'est pas le cas pour α_0 , dont l'effet est pondéré par d'autres paramètres, même si l'augmentation est linéaire par rapport à ce paramètre

Le même constat peut être porté sur les figures 5.10 et 5.11, respectivement pour des valeurs de k_1 croissantes et de k_2 décroissantes au niveau du déclenchement et de l'allure de la dissipation. Leur impact est, comme pour α_0 corrélé avec d'autres paramètres. L'augmentation semble linéaire par rapport à k_1 , mais pas par rapport à k_2 .

La densité de dislocation initiale implique elle aussi un retardement de la dissipation intrinsèque dans la phase (figure 5.12). Cependant, à partir du moment où une dissipation est effective, elle prend exactement les mêmes valeurs quelque soit ρ_0 .

L'impact des variables/paramètres de l'écroutissage cinématique sur la dissipation intrinsèque est relativement différent. Tout d'abord, quelque soit la façon de les observer, le niveau de sollicitation déclencheur de la dissipation intrinsèque reste inchangé. C'est dans la suite de l'évolution que les variations apparaissent.

En diminuant la valeur de C , tout en gardant γ constant, la courbe garde la même allure (linéaire sur la figure 5.13) mais les valeurs absolues de la dissipation augmentent pour chaque palier de contrainte. Par exemple, au palier de sollicitation à 400 MPa, une diminution de moitié du module d'écroutissage C amène à une multiplication par plus de deux de la dissipation intrinsèque, dans le cadre de l'étude de sensibilité.

À contrario lorsque γ évolue, la tendance de la courbe change (figure 5.14). Pour des valeurs de γ plutôt faibles sur la plage étudiée l'allure est plutôt linéaire, quand pour des γ plus élevés elle s'assimile plutôt à une parabole. En augmentant de deux ordres de grandeur le paramètre γ , la dissipation intrinsèque est 50% plus élevée au palier de 400 MPa pour le jeu de paramètres étudié.

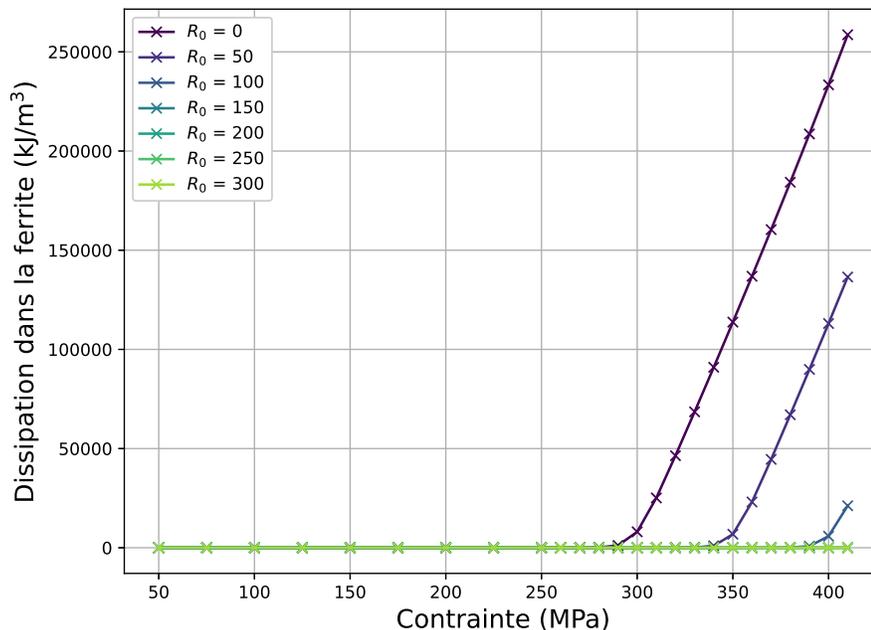


FIGURE 5.8 – Évolution de la dissipation de la phase ferritique (D_F) en fonction de R_{0F} (MPa).

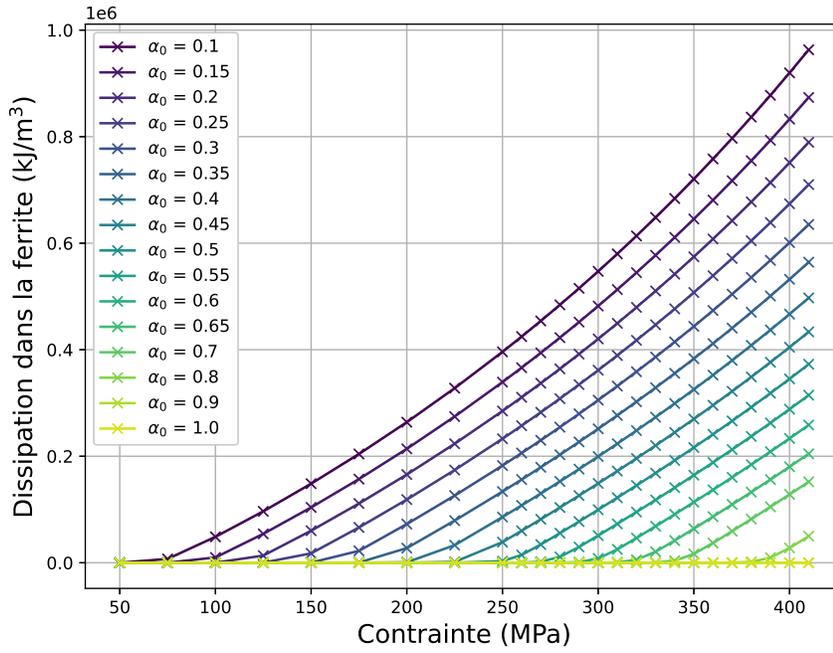


FIGURE 5.9 – Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de α_{0F} .

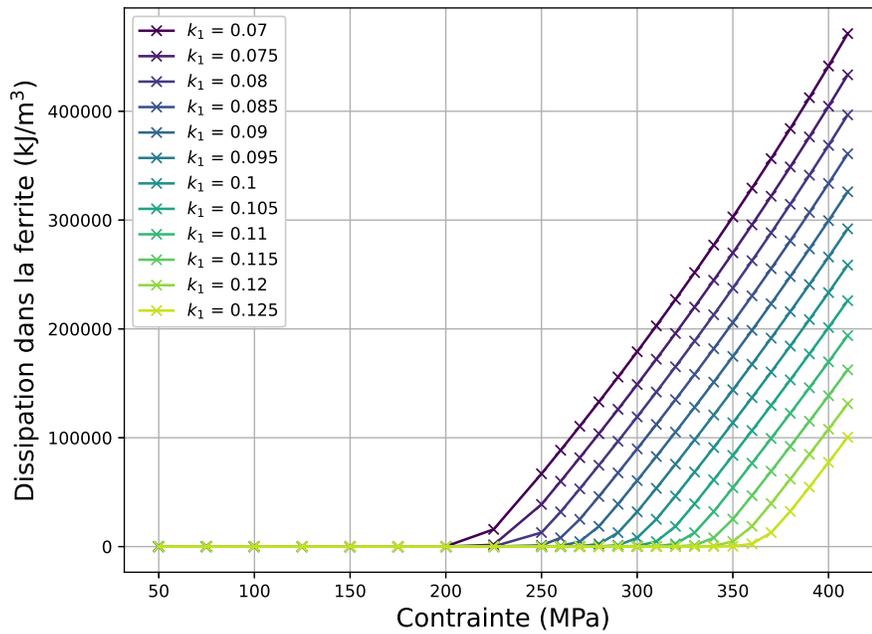


FIGURE 5.10 – Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de k_{1F} .

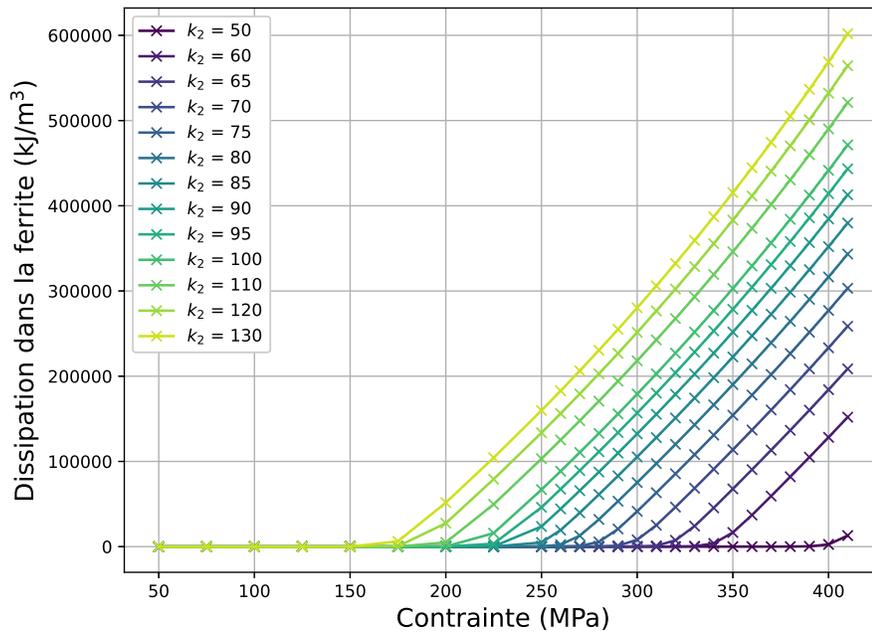


FIGURE 5.11 – Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de k_{2F} .

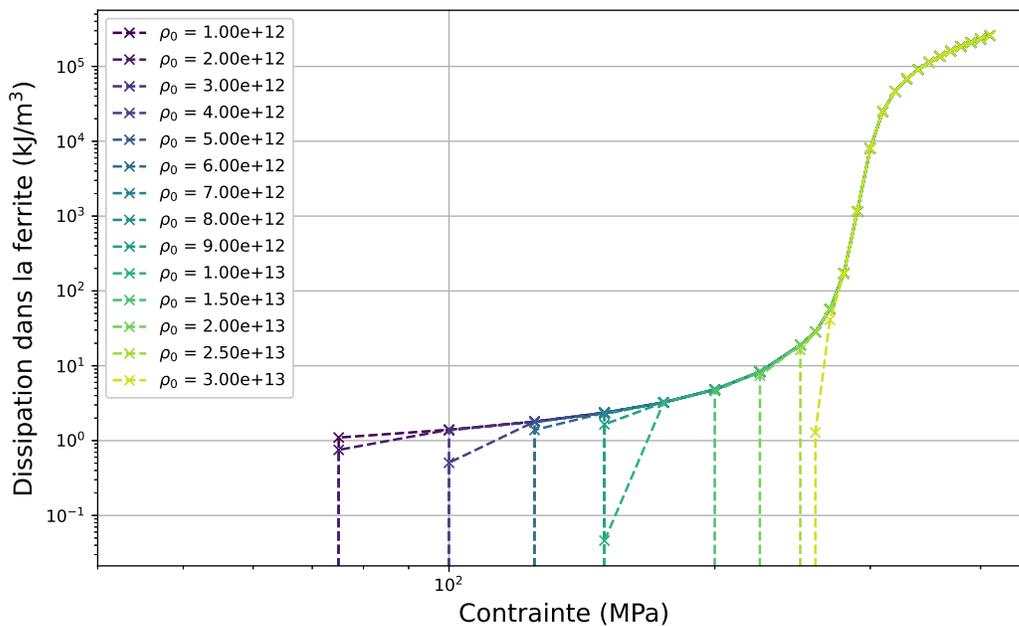


FIGURE 5.12 – Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de de la densité de dislocation initiale ρ_{0F} (m^{-2}), à l'échelle logarithmique.

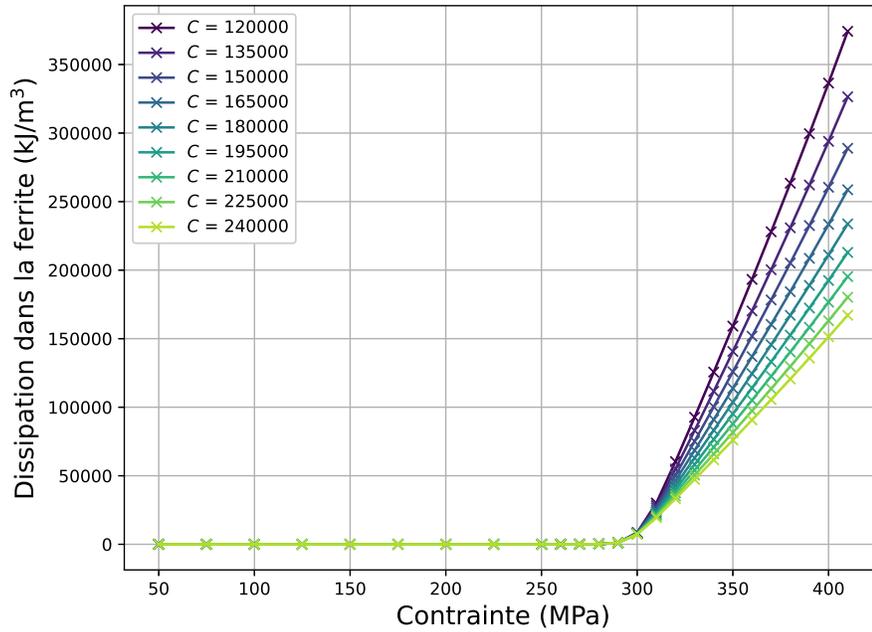


FIGURE 5.13 – Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de C_F (MPa).

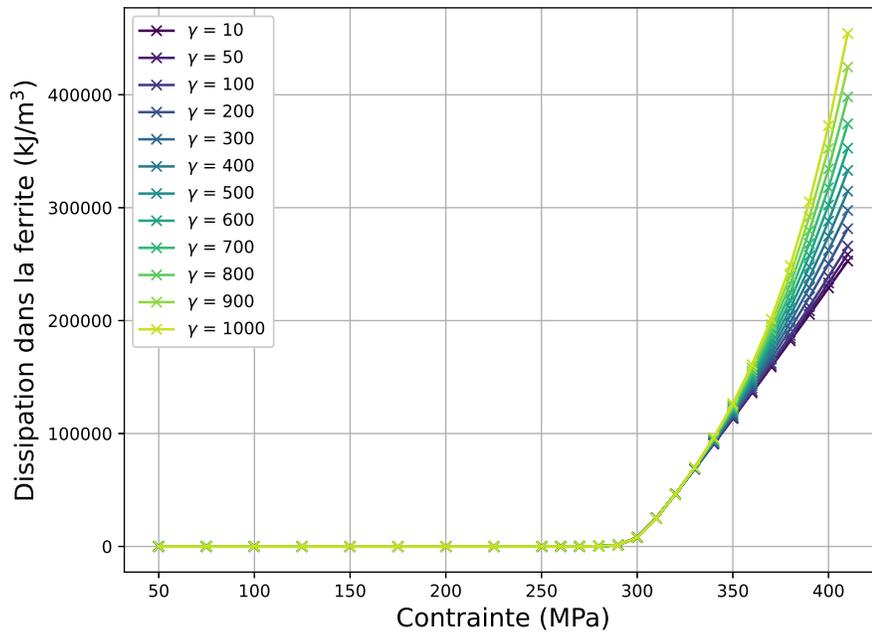


FIGURE 5.14 – Évolution de la dissipation de la phase ferritique (\mathcal{D}_F) en fonction de γ_F .

Maintenant que les effets de certains paramètres ont été étudiés, il convient d'évaluer la capacité du modèle à représenter fidèlement les données expérimentales d'essais d'auto-échauffement.

5.6 Corrélation entre le modèle et l'expérience

Maintenant que les différentes sensibilités de la dissipation aux paramètres du modèle sont établies, il est intéressant voir dans quelle mesure ce dernier permet d'estimer l'expérience. Pour juger de la corrélation entre l'essai d'auto-échauffement et le modèle, l'ensemble a été traduit sous forme de dissipation grâce respectivement aux équations 5.42 et 5.54, rappelées ici

$$\overline{\theta_{0D}} \frac{\rho_v c}{f_r \tau_{0D}} = E_d^{tot} = P_F \mathcal{D}_F + (1 - P_F) \mathcal{D}_A. \quad (5.68)$$

L'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures est choisi comme cas d'étude : sa microstructure est homogène et c'est finalement le matériau représentatif de notre étude. Pour ce dernier, les paramètres implémentées dans l'équation précédente sont :

- $\overline{\theta_{0D}}$, les mesures obtenues lors de l'essai d'auto-échauffement (cf. figure 4.18).
- ρ_v , la masse volumique de l'acier, prise égale à 7800 kg/m³ ;
- c , la chaleur spécifique de l'acier, prise égale à 0,46 $\frac{kJ}{kg \cdot K}$;
- f_r , la fréquence de sollicitation de l'essai, prise égale à 30,02 Hz (section 4.4) ;
- τ_{0D} , le temps caractéristique, pris égal à 40 s. Sa valeur s'obtient à partir de l'essai d'auto-échauffement en analysant le retour de la température à l'état d'équilibre après un bloc de sollicitation (c'est-à-dire au commencement de la partie "repos" du palier), qui suit une exponentielle décroissante dont τ_{0D} est le paramètre ;
- P_F , la proportion de ferrite, prise égale à 50% (section 2.5) ;
- \mathcal{D}_F et \mathcal{D}_A , les dissipations spécifiques de la ferrite et l'austénite, calculées à partir du modèle.

Il est important de noter que l'étude de corrélation n'est ici que préliminaire. Elle constitue une première proposition comme une tentative de représenter au mieux la réalité expérimentale. L'objectif principal est de s'appuyer sur des données de la littérature pour estimer les paramètres du modèle de comportement puis de s'attacher à affiner les valeurs des écrouissages pour voir si un tel modèle a le potentiel pour représenter l'auto-échauffement de l'acier duplex considéré. Ainsi aucune optimisation "formelle" et automatisée n'a été mise en place et on se borne à estimer qualitativement la capacité du modèle à rendre compte de la dissipation.

La figure 5.15 donne le résultat de l'identification des paramètres sur les données expérimentales de l'essai d'auto-échauffement pour l'acier 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures. Pour obtenir ces résultats avec le modèle, les paramètres utilisés sont donnés dans le tableau 5.1.

k_{1F}	k_{2F}	ρ_{0F} (m ⁻²)	α_{0F}	R_{0F} (MPa)	C_F (MPa)	γ_F
0,12	63	2×10^{13}	0,6	50	200000	50
k_{1A}	k_{2A}	ρ_{0A} (m ⁻²)	α_{0A}	R_{0A} (MPa)	C_A (MPa)	γ_A
0,12	52	3×10^{12}	0,58	50	300000	50

TABLEAU 5.1 – Tableau des paramètres utilisés pour modéliser l'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures (résultats figure 5.15).

L'analyse rapide des paramètres du modèle utilisés dans le cadre de cette étude quantitative permet de mettre en avant des différences notables entre ferrite et austénite avec notamment un facteur 10 sur la densité de dislocation initiale et des dynamiques différentes en terme d'écrouissage isotrope (k_{2F} et k_{2A} assez différents et marquant une saturation, de fait plus rapide pour la ferrite). Il est également intéressant de constater que l'écrouissage cinématique est quasi-linéaire (faibles valeurs de γ_F et γ_A) et que, de fait, des améliorations pourraient sans nul doute être apportées à l'identification, notamment en explorant plus finement le comportement de chacune des phases avec des essais MEB in-situ ou de l'alliage dans ensemble via des essais mécaniques dédiés.

L'analyse de la figure 5.15, permet de souligner que la dynamique de dissipation de l'éprouvette au cours de l'essai est plutôt bien décrite dans son ensemble. Cette modélisation se rapproche finalement d'un "double" modèle déterministe comme décrit dans [Doudard, 2004], c'est-à-dire un VER composé de deux parties (représentant les phases), dont la dissipation de chacune des parties se déclenche pour des niveaux de sollicitations différents avec des évolutions elles aussi spécifiques.

On constate un décalage marqué de la dissipation entre ferrite et austénite et un comportement de l'alliage intermédiaire qui rend plutôt bien compte de la dynamique de dissipation jusqu'à 20-30 kJ/m³. Au delà, une évolution trop rapide de la dissipation dans l'austénite vient invalider le modèle. Un travail spécifique autour de l'érouissage pourrait permettre d'y remédier.

L'ajout d'une population pour chaque phase, amenant à une activation plus progressive de la plasticité (comme réalisée dans [Doudard et al., 2005]), pourrait être bénéfique quant à la corrélation modèle-expérience. En définitive, le modèle rend bien compte de la forme générique de la dissipation et semble donc prometteur. Une étude plus poussée associée à une analyse plus marquée de la microstructure et de son comportement devrait permettre d'améliorer encore la corrélation.

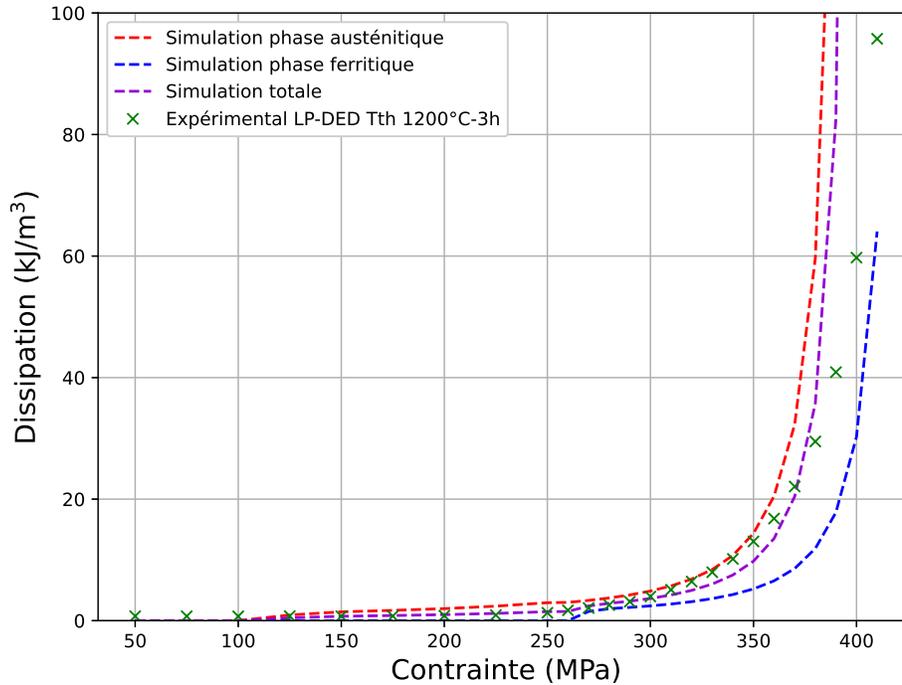


FIGURE 5.15 – Évolution de la dissipation intrinsèque en fonction de la sollicitation, corrélation modèle-expérience sur l'acier produit par LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures (50/50% ferrite/austénite).

5.7 Conclusion du chapitre

La modélisation est une étape désormais nécessaire pour mieux comprendre les résultats d'essais d'auto-échauffement. En effet, chaque matériau peut réagir d'une façon différente vis-à-vis d'une telle sollicitation, et la compréhension des mesures obtenues peut permettre d'améliorer les connaissances sur le comportement en fatigue des matériaux.

Dans ce chapitre, un cadre différent de ceux précédemment utilisés dans différents travaux mentionnés dans l'introduction (section 5.1) est proposée. Il est ici question d'utiliser un modèle qui veut s'adapter plus spécifiquement au matériau qu'est l'acier inoxydable super duplex 2507. La microstructure biphasée (austéno-ferritique) de cet acier est utilisée comme base de modélisation. Pour prendre en compte directement dans le modèle cette spécificité, une approche auto-cohérente combinée à une loi simple d'homogénéisation est utilisée. Cette distinction de comportement apportée entre les deux phases est d'autant plus intéressante que certains travaux montrent des différences effectives de propriétés entre la ferrite et l'austénite [Salvetr et al., 2022].

Il a été choisi de modéliser chacune des phases par une même loi de comportement élasto-visco-plastique, et d'intervenir uniquement sur les valeurs des paramètres des écrouissages pour exprimer le contraste entre les deux phases. Plus spécifiquement en ce qui concerne les écrouissages, il a été opté de modéliser la plasticité par un écrouissage cinématique non-linéaire de type Armstrong-Frederick et un écrouissage isotrope de type Kocks-Mecking. Le choix de ce dernier est motivé par la présence d'une densité de dislocation comme variable interne macroscopique, qui, dans le cadre de la production via différents procédés potentiellement suivi par un traitement thermique, est très adapté à notre cas. En effet, la densité de dislocation est connue pour être un des éléments pouvant fortement varier entre les procédés de fabrication conventionnelle et additive, et induire des variations de comportement pour une même matière du point de vue de sa composition chimique.

Une étude de sensibilité a montré que l'ensemble des paramètres inclus dans le modèle jouent un rôle, parfois corrélé entre eux, sur la dissipation intrinsèque du matériau. L'écrouissage isotrope agit plutôt sur le seuil d'activation en contrainte de la dissipation, quand l'écrouissage cinématique intervient uniquement sur l'allure et l'intensité de l'évolution de la dissipation en fonction de la sollicitation. La corrélation entre le modèle et l'expérience, présentée pour l'acier inoxydable super duplex 2507 produit par procédé LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures, est plutôt prometteuse. Malgré des difficultés à ajuster le modèle pour certains niveaux de contraintes, la tendance générale avec l'essai d'auto-échauffement est plutôt une réussite.

Cette ouverture à l'outil qu'est la modélisation du comportement amène bon nombre de perspectives. Au niveau du modèle, celui-ci pourrait être amélioré en incluant de la variabilité à l'intérieur de chaque phase. Une des possibilités serait de reproduire ce qu'il se fait sur le modèle probabiliste à deux échelles [Doudard et al., 2005], en optant pour une activation progressive de la plasticité de la population de chaque phase.

De plus, des essais de sollicitation uniaxiale sous MEB seraient fortement utiles, que ce soit pour déterminer de façon plus physique les paramètres du modèle, mais aussi pour potentiellement obtenir une loi d'activation de la plasticité dans chacune des phases à partir de la proportion de grains plastifiant en fonction du niveau de contrainte.

Pour terminer, l'approfondissement de l'utilisation des résultats d'essais d'auto-échauffement par le biais de la modélisation peut amener à la prévision du comportement en fatigue et de la courbe S-N du matériau étudié comme dans [Doudard, 2004, Doudard et al., 2005]. Ce lien reste à écrire dans le cadre de la modélisation proposée dans ce travail.

Conclusions et perspectives

L'essence de ce mémoire consistait à conduire une analyse approfondie du couple matériau-procédé "acier inoxydable super duplex 2507 - LP-DED", tout en élaborant une approche visant à optimiser le processus de fabrication, dans le but de produire un matériau répondant à un cahier des charges précis en terme de propriétés. Cette approche englobe donc à la fois le procédé de fabrication et d'éventuels traitements thermiques, en se focalisant sur les propriétés mécaniques et électrochimiques induites par la balance ferrite/austénite au sein de ce matériau biphasé.

Pour cela, plusieurs sous-objectifs ont été déclinés :

- Déterminer les paramètres de fabrication par procédé LP-DED permettant, à partir de poudre d'acier inoxydable super duplex 2507, d'obtenir un matériau plus sain et le moins poreux possible ;
- Évaluer les différences de microstructure (proportion de phases, taille moyenne de grains, ...) pouvant être obtenues à l'aide de traitements thermiques appliqués à l'acier inoxydable super duplex 2507 imprimé par procédé LP-DED ;
- Analyser l'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques pour des sollicitations monotones et sur la tenue à la corrosion ;
- Étudier l'impact de la porosité et de la microstructure, induites par le processus de fabrication, sur les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles.

La première étape a donc consisté en la réalisation d'une étude de fabricabilité pour répondre au premier objectif. Pour bien cadrer cette étude, des critères d'acceptation/de qualité matière, ont été établis et un protocole en plusieurs étapes a été suivi.

D'abord des mono-cordons ont été imprimés et caractérisés (géométrie et microstructure). Le choix entre les différents jeux de paramètres s'effectue sur la présence de zones surexposées, la discontinuité ou l'irrégularité de la largeur des cordons, la présence importante de poudres infondues/mal-fondues ou encore sur l'adhésion des cordons au substrat (caractérisé par la dilution).

Ensuite, dans un deuxième temps des parois fines sont analysées. Il est alors question d'éviter au maximum les effondrements de matière et la présence de pores type "manques de fusion", tout en respectant la géométrie imprimée. Pour finir, des volumes sont imprimés, pour étudier principalement leur densité et recentrer la plage de paramètres optimale.

À la fin de cette démarche, une matière dense à 99,96% est obtenue avec le jeu de paramètres suivant :

- Puissance du laser de 250 W ;
- Vitesse de balayage de 2000 mm/min ;
- Débit de poudre de 7 g/min ;
- Taux de recouvrement de 40%.

C'est cette paramétrie qui a donc être utilisée pendant l'ensemble de l'étude.

Une analyse microstructurale a été ensuite réalisée. Le procédé LP-DED amène à l'élaboration d'une microstructure très fine et hétérogène, que ce soit à l'échelle microscopique (un cordon) ou mésoscopique (sur plusieurs couches). En effet, l'histoire thermique spécifique à ce procédé permet la formation d'une microstructure très ferritique (autour de 80%) avec de l'austénite présente uniquement aux joints de grains dans les zones non refondues, à la différence des zones réaffectées thermiquement (zones de recouvrement) qui présentent en plus de l'austénite sous forme d'îlots dans les grains ferritiques.

Après l'application d'un traitement thermique, l'acier imprimé perd les traces microstructurales issues du procédé de fabrication. De fait, les microstructures obtenues sur la gamme de traitement thermique proposée (entre 1050 et 1275°C pendant 3 heures), sont complètement homogènes et bien plus équilibrées entre les deux phases en présence, se rapprochant de celle qui est observée dans l'acier forgé (qui contient environ 60% de ferrite). Les proportions d'austénite varient ainsi entre 43 et 57%, et augmentent lorsque la température

de maintien du traitement thermique diminue. La taille moyenne de grains dans chaque phase a légèrement tendance à croître lorsque la température du traitement augmente. Il est donc tout à fait possible, avec le protocole proposé et en jouant sur la paramétrie et le traitement thermique d'obtenir une large variété de microstructures différentes et donc de matériaux possibles.

L'effet de la microstructure est observable pour toutes les propriétés étudiées au cours de cette thèse. L'acier imprimé brut de fabrication propose de bonnes propriétés mécaniques sous chargement monotone. Il présente une dureté accrue, ainsi que des limites d'élasticité et résistance ultime à la traction plus de 20% supérieures à celles du matériau forgé. À l'inverse, la microstructure plus fine, hétérogène et ferritique rend le matériau moins ductile avec un allongement à rupture environ 25% plus faible.

Les traitements thermiques effectués, quant à eux, mènent à une diminution globale des propriétés énoncées, à l'exception de l'allongement à rupture qui est semblable à l'acier forgé. Aucune différence n'est cependant clairement observée entre les différents aciers imprimés et traités thermiquement.

Pour les propriétés en corrosion, les courbes de polarisation réalisées en milieu NaCl 1mol/L à température ambiante ont mis en évidence un comportement électrochimique identique pour toutes les configurations "procédé - traitement thermique", en ne montrant pas de réels défauts majeurs conduisant à l'amorçage de la corrosion par piqûre. Les résultats deviennent plus discriminants lors des essais de polarisation dans une solution à 90°C. L'acier imprimé brut propose la meilleure tenue à ce type de corrosion avec un potentiel de piqûration plus élevé que ceux des autres configurations testées. À la différence des propriétés mécaniques sous chargement monotone, la température du traitement thermique a une influence notable sur la résistance à la corrosion par piqûre.

Il a ainsi été montré que la microstructure impacte la répartition des éléments chimiques dans les phases. Ces variations mènent donc à des différences de PREN spécifique entre la ferrite et l'austénite. Pour tous les cas, sauf l'acier imprimé brut de fabrication et l'acier forgé, la phase ferritique est celle ayant la valeur de PREN la plus faible. Cette valeur plus faible semble être un bon indicateur pour connaître la phase la plus sensible à la corrosion par piqûration (comme le soulignent les analyses MEB et EBSD). Aussi, le lien entre la plus faible valeur de PREN spécifique et le potentiel de piqûration, et donc la tenue à la corrosion par piqûre, a été démontré. En effet, plus le PREN spécifique de sa phase la plus sensible d'une configuration "procédé - traitement thermique" est faible, plus bas est son potentiel de piqûration.

De nouveau, le protocole "fabrication - traitement thermique" permet de piloter les propriétés du matériau produit qui peut donc être "optimisé" à la demande.

Pour ce qui est des propriétés en fatigue, un constat semblable aux résultats obtenus pour les propriétés en traction est observé. De fait, la limite de fatigue à 2 millions de cycles, déterminée par une campagne d'essais Staircase avec rechargement des éprouvettes non rompues, de l'acier inoxydable super duplex 2507 imprimé brut de fabrication est supérieure de plus de 100 MPa par rapport à l'acier forgé (plus de 30% d'amélioration sur la limite de fatigue étudiée). Le matériau imprimé et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures (seule configuration avec traitement thermique étudiée par cette méthode) possède une limite très légèrement supérieure à celle de l'acier forgé (une dizaine de MPa d'écart). La microstructure influence donc la résistance en fatigue de cette nuance d'acier, modulo le fait d'avoir de grandes variations de proportion de phases ou d'homogénéité entre les configurations.

Les faciès de rupture de l'acier imprimé brut de fabrication montrent différents types d'amorçage, soit sur un pore, soit lié à la microstructure, à l'opposé de ceux pour l'acier forgé ou imprimé et traité thermiquement, qui eux ne font état que de faciès avec le second type d'amorçage. Pour le matériau imprimé brut de fabrication, une étude plus approfondie a été menée pour analyser l'impact de la porosité sur la tenue en fatigue. Les pores ne semblent pas impacter la limite de fatigue du matériau dans le cas étudié, sauf s'ils sont présents proches de la surface de l'échantillon (observation réalisée sur une seule éprouvette du lot total).

Une seconde méthode de détermination de limite de fatigue à 2 millions est présentée : le dépouillement empirique d'essais d'auto-échauffement. Cette méthode montre plutôt une bonne correspondance avec les résultats obtenus avec le protocole Staircase incluant le rechargement des éprouvettes non rompues, pour l'acier forgé et celui imprimé par procédé LP-DED et traité thermiquement. Cependant, la différence observée pour le cas du matériau imprimé brut de fabrication est trop importante pour juger que cette méthode est adaptée pour ce matériau. Ce constat était tout de même attendu au vu de la littérature [Graux, 2017].

L'ensemble de ses caractérisations expérimentales amène un bilan intéressant. D'abord il a été observé que l'acier produit par LP-DED et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures pourrait se substituer, pour certaines applications, au matériau forgé, que ce soit d'un point de vue microstructural mais aussi de celui des propriétés mécaniques. Outre cela, l'acier imprimé par procédé LP-DED brut de fabrication, notamment grâce

à la maîtrise du procédé de fabrication et à la minimisation de la porosité, possède des propriétés supérieures aux autres configurations étudiées, mais reste tout de même plus fragile. Ces deux constats montrent qu'il est possible de fabriquer de l'acier inoxydable super duplex 2507 de qualité par procédé LP-DED, et qu'on pourrait même adapter ses propriétés en fonction des demandes et usages.

Un point complémentaire issu de l'étude sur la fatigue, mérite également d'être souligné : les essais d'auto-échauffement, analysés de façon empirique [Stromeyer, 1914], permettent rapidement de bien positionner le comportement en fatigue des configurations imprimés et traités thermiquement (cependant ce constat n'est pas conservé pour le matériau brut de fabrication par procédé LP-DED) et constituent donc une voie expérimentale d'intérêt pour l'évaluation rapide de couple paramétrie de procédé/traitement thermique.

En plus de ces travaux, un modèle a été proposé pour décrire le comportement lors d'essais d'auto-échauffement. La nature biphasique de l'acier inoxydable super duplex 2507 amène à explorer un type de modèle original pour modéliser des essais d'auto-échauffement : un comportement homogénéisé à deux phases. Il s'agit d'un comportement élasto-visco-plastique, avec deux écrouissages, l'un isotrope de type Kocks-Mecking et l'autre cinématique non-linéaire de type Armstrong-Frederick. Le choix du premier a particulièrement été motivé car il utilise une densité de dislocation comme variable interne, qui est une grandeur qui a une tendance à varier fortement en fonction du procédé de fabrication, et notamment avec l'impression par procédé LP-DED [Salvetr et al., 2022]. De premières corrélations entre le modèle et l'essai d'auto-échauffement, effectuée sur l'acier inoxydable super duplex 2507 imprimé et traité thermiquement à 1200°C pendant 3 heures, ouvre des perspectives prometteuses.

Ce travail s'il a permis d'ores et déjà de répondre à de nombreux enjeux identifiés à son origine ouvre toutefois de nombreuses perspectives en possibilités d'exploration.

Le modèle est un des premiers points pouvant être mis en avant. Tout d'abord, la corrélation, loin d'être parfaite, doit être retravaillée, avant d'être poursuivie pour l'ensemble des configurations "procédé - traitement thermique" étudiées. Un point de vigilance est néanmoins à mettre sur l'acier imprimé brut de fabrication, car sa microstructure hétérogène peut cacher des mécanismes plus poussés que ce qu'il pourrait être décrit par le modèle en l'état.

Ensuite, pour améliorer la corrélation entre les essais et le modèle aux faibles niveaux de sollicitation, une activation progressive de la plasticité de la population de chaque phase est envisageable [Doudard et al., 2005, Munier, 2012].

De plus, des essais in-situ sous MEB sous sollicitation uniaxiale pourrait permettre de justifier certains choix de paramètres effectués et d'affiner le modèle.

À plus long terme, la prévision de la courbe S-N dans sa totalité serait un aspect intéressant à creuser pour consolider l'étude de fatigue, avec notamment des efforts importants à envisager de par l'originalité du modèle utilisé dans le cadre de l'étude de l'auto-échauffement.

L'étude de la fatigue pourrait être poursuivie. En effet, la réalisation de courbes de Wöhler sur les différentes configurations matériaux permettrait de mieux comprendre le comportement en fatigue de l'acier inoxydable super duplex 2507 imprimé. Des comparaisons seraient aussi à mener sur la dispersion des résultats pour des sollicitations plus élevées, ou plus simplement sur la pente de la courbe de Wöhler.

La caractérisation de la corrosion sous contrainte est une étude qui, elle aussi, mériterait d'être prolongée. L'étude menée sur une éprouvette d'acier inoxydable super duplex 2507 imprimé brut de fabrication pourrait être déjà répétée, pour juger de la dispersion des résultats.

Aussi, une extension de ce protocole d'essai (essais à l'air libre, en solution à température ambiante, à 90°C, avec un potentiel imposé) pourrait être faite à l'ensemble des configurations "procédé - traitement thermique" afin d'effectuer le même style de comparaison que pour la résistance à la corrosion par piqûration.

Les conditions d'essai sont également à optimiser pour caractériser au mieux les relations entre la microstructure, la mécanique et la corrosion.

En ce qui concerne l'étude de la corrosion par piqûration, une étude encore plus poussée, avec des traitements thermiques effectués sur l'acier forgé, ou même des essais sur un acier inoxydable super duplex 2507 élaboré avec d'autres procédés de fabrication additive, tels que les procédés L-PBF ou WAAM, permettrait de mieux dissocier les effets de proportion des phases, de répartition des éléments d'alliages et d'hétérogénéités de la microstructure et d'encore mieux cerner le rôle des procédés.

Une étude sur de l'acier imprimé avec des paramètres moins bien optimisés, laissant place à la présence plus importante de pores serait aussi intéressante. La caractérisation de ce type de matière tendrait presque vers l'étude de la corrosion cavernueuse.

Du côté de la fabrication des éprouvettes, cette thèse s'est concentré sur des éprouvettes dont la direction de fabrication est toujours coaxiale avec la direction de sollicitation lors des essais. Il serait intéressant de fabriquer des éprouvettes perpendiculairement à la manière présentée ici, comme dans [Brázda et al., 2021], puis d'élargir à différentes orientations, à savoir 30° , 45° ou 60° comme cela peut être fait sur des éprouvettes en impression 3D polymère.

Bien d'autres perspectives comme la fissuration [Roucou et al., 2023], l'étude de la corrosion dans des environnements spécifiques comme les réacteurs à eau pressurisée (REP) pourraient aussi être envisagées sachant les usages sont dorénavant encore plus ouverts pour les aciers super duplex avec l'émergence de la fabrication additive d'un point de vue industriel.

Bibliographie

- [Ahn, 2021] Ahn, D.-G. (2021). Directed Energy Deposition (DED) Process : State of the Art. *Int. J. of Precis. Eng. and Manuf.-Green Tech.*, 8(2) :703–742.
- [Ahsan et al., 2020] Ahsan, R., Tanvir, A. N. M., Seo, G., Bates, B., Hawkins, W., Lee, C., Liaw, P., Noakes, M., Nycz, A., and Kim, D. B. (2020). Heat-treatment effects on a bimetallic additively-manufactured structure (BAMS) of the low-carbon steel and austenitic-stainless steel. *Additive Manufacturing*, 32 :101036.
- [Akpanyung and Loto, 2019] Akpanyung, K. V. and Loto, R. T. (2019). Pitting corrosion evaluation : a review. *J. Phys. : Conf. Ser.*, 1378(2) :022088. Publisher : IOP Publishing.
- [Al-Maharma et al., 2020] Al-Maharma, A. Y., Patil, S. P., and Markert, B. (2020). Effects of porosity on the mechanical properties of additively manufactured components : a critical review. *Mater. Res. Express*, 7(12) :122001. Publisher : IOP Publishing.
- [Ali et al., 2022] Ali, M., Issayev, G., Shehab, E., and Sarfraz, S. (2022). A critical review of 3D printing and digital manufacturing in construction engineering. *Rapid Prototyping Journal*, 28.
- [Altuncu and Tarım, 2020] Altuncu, E. and Tarım, M. (2020). Laser Cladding of Martensitic Stainless Steels on Armor Steels. *Emerging Materials Research*, 9 :1–4.
- [Alvarez-Armas and Degallaix-Moreuil, 2012] Alvarez-Armas, I. and Degallaix-Moreuil, S. (2012). *Les aciers inoxydables duplex*.
- [Andreau et al., 2021] Andreau, O., Pessard, E., Koutiri, I., Peyre, P., and Saintier, N. (2021). Influence of the position and size of various deterministic defects on the high cycle fatigue resistance of a 316L steel manufactured by laser powder bed fusion. *International Journal of Fatigue*, 143 :105930.
- [Ansari et al., 2016] Ansari, M., Shoja Razavi, R., and Barekat, M. (2016). An empirical-statistical model for coaxial laser cladding of NiCrAlY powder on Inconel 738 superalloy. *Optics & Laser Technology*, 86 :136–144.
- [Arias-González et al., 2021] Arias-González, F., Barro, O., del Val, J., Lusquiños, F., Fernández Arias, M., Comesaña, R., Riveiro, A., and Pou, J. (2021). Laser-directed energy deposition. pages 121–157.
- [ASTM :G215-17, 2017] ASTM :G215-17 (2017). Standard Guide for Electrode Potential Measurement. Technical Report ASTM G215-17.
- [Aubin, 2001] Aubin, V. (2001). *Plasticité cyclique d'un acier inoxydable austéno-ferritique sous chargement biaxial non-proportionnel*. phdthesis, Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I; Ecole Centrale de Lille.
- [Badyka, 2018] Badyka, R. (2018). *Influence des éléments d'alliage sur la cinétique de vieillissement de la ferrite d'aciers inoxydables austéno-ferritiques moulés*. PhD thesis.
- [Baldi et al., 2023] Baldi, N., Giorgetti, A., Palladino, M., Giovannetti, I., Arcidiacono, G., and Citti, P. (2023). Study on the Effect of Inter-Layer Cooling Time on Porosity and Melt Pool in Inconel 718 Components Processed by Laser Powder Bed Fusion. *Materials (Basel)*, 16(11) :3920.
- [Balit, 2019] Balit, Y. (2019). *Mechanical properties of additively manufactured or repaired single-track thickness structures by Directed Energy Deposition*. phdthesis, Institut Polytechnique de Paris.
- [Balit et al., 2020] Balit, Y., Joly, L.-R., Szmytka, F., Durbecq, S., Charkaluk, E., and Constantinescu, A. (2020). Self-heating behavior during cyclic loadings of 316L stainless steel specimens manufactured or repaired by Directed Energy Deposition. *Materials Science and Engineering : A*, 786 :139476.
- [Ballésio et al., 2024] Ballésio, S., Le Hong, T., Dhondt, M., Doudard, C., and Szmytka, F. (2024). Manufacturing of 2507 super duplex stainless steel by laser powder-directed energy deposition : process optimization and microstructure analyses. *Int J Adv Manuf Technol*.
- [Bandyopadhyay et al., 2020] Bandyopadhyay, A., Zhang, Y., and Bose, S. (2020). Recent developments in metal additive manufacturing. *Current Opinion in Chemical Engineering*, 28 :96–104.

- [Baroux, 2014] Baroux, B. (2014). *La corrosion des métaux - Passivité et corrosion localisée : Passivité et corrosion localisée*. Dunod, Paris.
- [Basquin, 1910] Basquin, O. H. (1910). The exponential law of endurance tests. *American Society for Testing and Materials Proceedings*, 10 :625–630. *American Society for Testing and Materials Proceedings*, 10 :625–630.
- [Bathias, 1999] Bathias (1999). There is no infinite fatigue life in metallic materials. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 22(7) :559–565. eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1046/j.1460-2695.1999.00183.x>.
- [Baumhauer, 2012] Baumhauer, C. (2012). *Influence du niobium sur la microstructure et les propriétés d'usage des aciers inoxydables austéno-ferritiques (duplex)*. phdthesis, Université de Grenoble.
- [Bax et al., 2018] Bax, B., Rajput, R., Kellet, R., and Reisacher, M. (2018). Systematic evaluation of process parameter maps for laser cladding and directed energy deposition. *Additive Manufacturing*, 21 :487–494.
- [Beaumont, 2013] Beaumont, P. (2013). *Optimisation des plans d'essais accélérés Application à la tenue en fatigue de pièces métalliques de liaison au sol*. phdthesis, Université d'Angers.
- [Benson and Snyders, 2015] Benson, J. and Snyders, E. (2015). The need for powder characterisation in the additive manufacturing industry and the establishment of a national facility. *The South African Journal of Industrial Engineering*, 26 :104.
- [Bercelli, 2021] Bercelli, L. (2021). *Étude des propriétés en fatigue polycyclique des matériaux et des structures obtenus par le procédé de fabrication additive arc-fl.* phdthesis, ENSTA Bretagne - École nationale supérieure de techniques avancées Bretagne.
- [Bertolini et al., 2004] Bertolini, L., Elsener, B., Pedferri, P., and Polder, R. B. (2004). *Corrosion of Steel in Concrete : Prevention, Diagnosis, Repair*. Wiley-VCH, Weinheim, 1st edition edition.
- [Berveiller and Zaoui, 1978] Berveiller, M. and Zaoui, A. (1978). An extension of the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 26(5) :325–344.
- [Bhandari et al., 2015] Bhandari, J., Khan, F., Abbassi, R., Garaniya, V., and Ojeda, R. (2015). Modelling of pitting corrosion in marine and offshore steel structures – A technical review. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, 37 :39–62.
- [Bi et al., 2022] Bi, X., Li, R., Hu, Z., Gu, J., and Jiao, C. (2022). Microstructure and Texture of 2205 Duplex Stainless Steel Additive Parts Fabricated by the Cold Metal Transfer (CMT) Wire and Arc Additive Manufacturing (WAAM). *Metals*, 12(10) :1655. Number : 10 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- [Borbély et al., 2002] Borbély, A., Mughrabi, H., Eisenmeier, G., and Höppel, H. (2002). A finite element modelling study of strain localization in the vicinity of near-surface cavities as a cause of subsurface fatigue crack initiation. *International Journal of Fracture*, 115(3) :227–232.
- [Boulanger, 2004] Boulanger, T. (2004). *Analyse par thermographie infrarouge des sources de chaleur induites par la fatigue des aciers*. These de doctorat, Montpellier 2.
- [Bourell et al., 2009] Bourell, D. L., Beaman, J. J., Leu, M. C., and Rosen, D. W. (2009). A Brief History of Additive Manufacturing and the 2009 Roadmap for Additive Manufacturing : Looking Back and Looking Ahead.
- [Brázda et al., 2021] Brázda, M., Salvetr, P., Rzepa, S., Melzer, D., and Vavřík, J. (2021). Effect of heat treatment on mechanical properties of duplex steel SAF 2507 manufactured by DED. *IOP Conf. Ser. : Mater. Sci. Eng.*, 1178 :012008. Publisher : IOP Publishing.
- [Bugat, 2000] Bugat, S. (2000). *Comportement et endommagement des aciers austéno-ferritiques vieillis : une approche micromécanique*. phdthesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Béranger et al., 1987] Béranger, G., Colson, J.-C., Dabosi, F., de la Recherche scientifique, C. N., and français de l'anticorrosion, C. (1987). *Corrosion des matériaux à haute température : École d'hiver 1985 du CNRS, Piau-Engaly, France*. Éd. de Physique, Les Ulis, France.
- [Cadel, 2019] Cadel, A. (2019). *Mise en place d'une méthode de couplage aéroélastique dans un contexte spectral non linéaire*. These de doctorat, Lyon.
- [Chabot, 2020] Chabot, A. (2020). *Méthodologie de monitoring multiphysique des procédés DED : développement par une démarche expérimentale*. phdthesis, École centrale de Nantes.
- [Charkaluk and Constantinescu, 2009] Charkaluk, E. and Constantinescu, A. (2009). Dissipative aspects in high cycle fatigue. *Mechanics of Materials*, 41(5) :483–494.

- [Charles, 2008] Charles, J. (2008). Duplex Stainless Steels - a Review after DSS '07 held in Grado. *steel research international*, 79(6) :455–465. _eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/srin.200806153>.
- [Charles and Bernhardsson, 1991] Charles, J. and Bernhardsson, S. (1991). *Duplex stainless steels*. Éd. de physique edition.
- [Childerhouse and Jackson, 2019] Childerhouse, T. and Jackson, M. (2019). Near Net Shape Manufacture of Titanium Alloy Components from Powder and Wire : A Review of State-of-the-Art Process Routes. *Metals*, 9(6) :689. Number : 6 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- [Chrysochoos, 1985] Chrysochoos, A. (1985). Bilan énergétique en élastoplasticité grandes déformations. *Journal de Mécanique théorique et appliquée*, 4(5) :589–614.
- [Chrysochoos et al., 1989] Chrysochoos, A., Chezeaux, J.-C., and Caumon, H. (1989). Analyse thermomécanique des lois de comportement par thermographie infrarouge. *Rev. Phys. Appl. (Paris)*, 24(2) :215–225.
- [CIMAC, 2009] CIMAC (2009). Guidance for evaluation of Fatigue tests.
- [Cloots et al., 2016] Cloots, M., Uggowitz, P. J., and Wegener, K. (2016). Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles. *Materials & Design*, 89 :770–784.
- [Cugy and Galtier, 2002] Cugy, P. and Galtier, A. (2002). Microplasticity and temperature increase in low carbon steels. In *Proceedings of the 7th int. fat. conf., Stockholm (Sweden)*.
- [Cui et al., 2019] Cui, Z., Chen, S., Dou, Y., Han, S., Wang, L., Man, C., Wang, X., Chen, S., Cheng, Y. F., and Li, X. (2019). Passivation behavior and surface chemistry of 2507 super duplex stainless steel in artificial seawater : Influence of dissolved oxygen and pH. *Corrosion Science*, 150 :218–234.
- [Dai et al., 2022] Dai, J., Li, H.-B., Feng, H., Jiang, Z.-H., Qu, J.-D., Zhao, Y., and Zhang, T. (2022). Revealing significant effect of nitrogen on prolonging pitting corrosion lifetime of martensitic stainless steel by modelling approach. *Corrosion Science*, 203 :110369.
- [Davison and Redmond, 1991] Davison, R. M. and Redmond, J. D. (1991). A guide to using duplex stainless steels. *Materials & Design*, 12(4) :187–192.
- [DebRoy et al., 2018] DebRoy, T., Wei, H. L., Zuback, J. S., Mukherjee, T., Elmer, J. W., Milewski, J. O., Beese, A. M., Wilson-Heid, A., De, A., and Zhang, W. (2018). Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science*, 92 :112–224.
- [Di Schino et al., 2003] Di Schino, A., Barteri, M., and Kenny, J. M. (2003). Effects of grain size on the properties of a low nickel austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, 38(23) :4725–4733.
- [Dinh et al., 2020] Dinh, T. D., Vanwalleghem, J., Xiang, H., Erdelyi, H., Craeghs, T., and Paepegem, W. V. (2020). A unified approach to model the effect of porosity and high surface roughness on the fatigue properties of additively manufactured Ti6-Al4-V alloys. *Additive Manufacturing*, 33 :101139.
- [Dixon and Mood, 1948] Dixon, W. J. and Mood, A. M. (1948). A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data. *Journal of the American Statistical Association*, 43(241) :109–126. Publisher : Taylor & Francis _eprint : <https://www.tandfonline.com/doi/pdf/10.1080/01621459.1948.10483254>.
- [Doudard, 2004] Doudard, C. (2004). *Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles à partir d'essais d'échauffement*. These de doctorat, Cachan, Ecole normale supérieure.
- [Doudard et al., 2005] Doudard, C., Calloch, S., Cugy, P., Galtier, A., and Hild, F. (2005). A probabilistic two-scale model for high-cycle fatigue life predictions. *Fat Frac Eng Mat Struct*, 28(3) :279–288.
- [Díaz et al., 2009] Díaz, B., Freire, L., Nóvoa, X. R., and Pérez, M. C. (2009). Electrochemical behaviour of high strength steel wires in the presence of chlorides. *Electrochimica Acta*, 54(22) :5190–5198.
- [Ebara, 2007] Ebara, R. (2007). Corrosion fatigue crack initiation in 12% chromium stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 468-470 :109–113.
- [Edwards et al., 2023] Edwards, A., Weisz-Patrault, D., and Charkaluk, E. (2023). Analysis and fast modelling of microstructures in duplex stainless steel formed by directed energy deposition additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 61 :103300.
- [El Bartali, 2007] El Bartali, A. (2007). *Apport des mesures de champs cinématiques à l'étude des micromécanismes d'endommagement en fatigue plastique d'un acier inoxydable duplex*. phdthesis, Ecole Centrale de Lille.
- [El Cheikh et al., 2012a] El Cheikh, H., Courant, B., Branchu, S., Hascoët, J.-Y., and Guillén, R. (2012a). Analysis and prediction of single laser tracks geometrical characteristics in coaxial laser cladding process. *Optics and Lasers in Engineering*, 50(3) :413–422.

- [El Cheikh et al., 2012b] El Cheikh, H., Courant, B., Branchu, S., Huang, X., Hascoët, J.-Y., and Guillén, R. (2012b). Direct Laser Fabrication process with coaxial powder projection of 316L steel. Geometrical characteristics and microstructure characterization of wall structures. *Optics and Lasers in Engineering*, 50(12) :1779–1784.
- [El May et al., 2013] El May, M., Palin-Luc, T., Saintier, N., and Devos, O. (2013). Effect of corrosion on the high cycle fatigue strength of martensitic stainless steel X12CrNiMoV12-3. *International Journal of Fatigue*, 47 :330–339.
- [Elkaseer et al., 2022] Elkaseer, A., Chen, K. J., Janhsen, J. C., Refle, O., Hagenmeyer, V., and Scholz, S. G. (2022). Material jetting for advanced applications : A state-of-the-art review, gaps and future directions. *Additive Manufacturing*, 60 :103270.
- [Elmer et al., 1989] Elmer, J., Allen, S., and Eagar, T. (1989). Microstructural development during solidification of stainless steel alloys. *Metallurgical Transactions A*, 20(10) :2117–2131.
- [Essongue et al., 2022] Essongue, S., Ledoux, Y., and Ballu, A. (2022). Speeding up mesoscale thermal simulations of powder bed additive manufacturing thanks to the forward Euler time-integration scheme : A critical assessment. *Finite Elements in Analysis and Design*, 211 :103825.
- [Fehlner, 1987] Fehlner, F. P. (1987). Low-temperature oxidation. *Philosophical Magazine B*, 55(6) :633–636. Publisher : Taylor & Francis eprint : <https://doi.org/10.1080/13642818708218369>.
- [Forre, 2015] Forre, A. (2015). *Étude du comportement et de la fatigue d'un acier inoxydable ferritique en environnement thermomécanique et vibratoire*. phdthesis, ENSTA ParisTech.
- [Francis and Byrne, 2021] Francis, R. and Byrne, G. (2021). Duplex Stainless Steels—Alloys for the 21st Century. *Metals*, 11 :836.
- [Frost and Ashby, 1982] Frost, H. J. and Ashby, M. F. (1982). *Deformation-mechanism Maps : The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Franklin Book Company, Incorporated. Google-Books-ID : s9BRAAAAMAAJ.
- [Garfias-Mesias et al., 1996] Garfias-Mesias, L. F., Sykes, J. M., and Tuck, C. D. S. (1996). The effect of phase compositions on the pitting corrosion of 25 Cr duplex stainless steel in chloride solutions. *Corrosion Science*, 38(8) :1319–1330.
- [Gerber, 1874] Gerber, H. (1874). *Bestimmung der zulässigen Spannungen in Eisen-Constructionen*. Wolf. Google-Books-ID : m17fnJ2Ly0sC.
- [Germain, 1986] Germain, P. (1986). Sur Quelques Concepts Fondamentaux de la Mécanique. In Gittus, J., Zarka, J., and Nemat-Nasser, S., editors, *Large Deformations of Solids : Physical Basis and Mathematical Modelling*, pages 3–25. Springer Netherlands, Dordrecht.
- [Gibson et al., 2015] Gibson, I., Rosen, D., and Stucker, B. (2015). Directed Energy Deposition Processes. In Gibson, I., Rosen, D., and Stucker, B., editors, *Additive Manufacturing Technologies : 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*, pages 245–268. Springer, New York, NY.
- [Gong et al., 2015] Gong, H., Rafi, K., Gu, H., Janaki Ram, G. D., Starr, T., and Stucker, B. (2015). Influence of defects on mechanical properties of Ti–6Al–4V components produced by selective laser melting and electron beam melting. *Materials & Design*, 86 :545–554.
- [Gonzalez-Gutierrez et al., 2018] Gonzalez-Gutierrez, J., Cano, S., Schuschnigg, S., Kukla, C., Sapkota, J., and Holzer, C. (2018). Additive Manufacturing of Metallic and Ceramic Components by the Material Extrusion of Highly-Filled Polymers : A Review and Future Perspectives. *Materials*, 11(5) :840. Number : 5 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- [Goodman, 1899] Goodman, J. (1899). *Mechanics Applied to Engineering* Longmans. *Green and Co., London*.
- [Goodman, 1914] Goodman, J. (1914). *Mechanics applied to engineering*. London [etc.] Longmans, Green & Co.
- [Graux, 2017] Graux, N. (2017). *Caractérisation et modélisation des propriétés à la fatigue à grand nombre de cycles des aciers cimentés à partir d'essais d'auto-échauffement sous sollicitations cycliques*. These de doctorat, Brest.
- [Gudur et al., 2021] Gudur, S., Nagallapati, V., Pawar, S., Muvvala, G., and Simhambhatla, S. (2021). A study on the effect of substrate heating and cooling on bead geometry in wire arc additive manufacturing and its correlation with cooling rate. *Materials Today : Proceedings*, 41 :431–436.
- [Guellec, 2023] Guellec, C. (2023). *Caractérisation en fatigue à grand nombre de cycles par mesures d'auto-échauffement des aciers d'arbres de transmission pour application navale sous chargements cycliques complexes*. phdthesis, ENSTA Bretagne - École nationale supérieure de techniques avancées Bretagne.

- [Guiraldenq and Hardouin Duparc, 2017] Guiraldenq, P. and Hardouin Duparc, O. (2017). The genesis of the Schaeffler diagram in the history of stainless steel. *Metall. Res. Technol.*, 114(6) :613.
- [Gunenthiram et al., 2018] Gunenthiram, V., Peyre, P., Schneider, M., Dal, M., Coste, F., Koutiri, I., and Fabbro, R. (2018). Experimental analysis of spatter generation and melt-pool behavior during the powder bed laser beam melting process. *Journal of Materials Processing Technology*, 251 :376–386.
- [Gunn, 1997] Gunn, R. (1997). *Duplex Stainless Steels : Microstructure, Properties and Applications*. Elsevier. Google-Books-ID : HayjAgAAQBAJ.
- [Guo et al., 2014] Guo, Y., Hu, J., Li, J., Jiang, L., Liu, T., and Wu, Y. (2014). Effect of Annealing Temperature on the Mechanical and Corrosion Behavior of a Newly Developed Novel Lean Duplex Stainless Steel. *Materials*, 7 :6604–6619.
- [Guévenoux et al., 2020] Guévenoux, C., Hallais, S., Charles, A., Charkaluk, E., and Constantinescu, A. (2020). Influence of interlayer dwell time on the microstructure of Inconel 718 Laser Cladded components. *Optics & Laser Technology*, 128 :106218.
- [Haghdadi et al., 2021a] Haghdadi, N., Laleh, M., Chen, H., Chen, Z., Ledermueller, C., Liao, X., Ringer, S., and Primig, S. (2021a). On the pitting corrosion of 2205 duplex stainless steel produced by laser powder bed fusion additive manufacturing in the as-built and post-processed conditions. *Materials & Design*, 212 :110260.
- [Haghdadi et al., 2021b] Haghdadi, N., Laleh, M., Moyle, M., and Primig, S. (2021b). Additive manufacturing of steels : a review of achievements and challenges. *J Mater Sci*, 56(1) :64–107.
- [Haigh, 1917] Haigh, B. P. (1917). Experiments on the fatigue of brasses. *Journal of the Institute of Metals*, 18(2) :55–86.
- [Halphen and Nguyen, 1975] Halphen, B. and Nguyen, Q. (1975). Sur les Matériaux Standard Généralisés. *Journal de Mécanique*, 14 :39–63.
- [Han et al., 2011] Han, D., Jiang, Y., Shi, C., Li, Z., and Li, J. (2011). Influence of the microstructure and alloying element on the polarization behaviour within the crevice of UNS S32304 duplex stainless steel. *Corrosion Science*, 53(11) :3796–3804.
- [Hassani et al., 2012] Hassani, A., Habibolahzadeh, A., Javadi, A., and Hosseini, S. (2012). Effect of Strain Rate on Stress Corrosion Cracking of 316L Austenitic Stainless Steel in Boiling MgCl₂ Environment. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 22.
- [Hehr et al., 2020] Hehr, A., Norfolk, M., Kominsky, D., Boulanger, A., Davis, M., and Boulware, P. (2020). Smart Build-Plate for Metal Additive Manufacturing Processes. *Sensors*, 20(2) :360. Number : 2 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- [Hengsbach et al., 2017] Hengsbach, F., Koppa, P., Duschik, K., Holzweissig, M. J., Burns, M., Nellesen, J., Tillmann, W., Tröster, T., Hoyer, K.-P., and Schaper, M. (2017). Duplex stainless steel fabricated by selective laser melting - Microstructural and mechanical properties. *Materials & Design*, 133 :136–142.
- [Herzog et al., 2016] Herzog, D., Seyda, V., Wycisk, E., and Emmelmann, C. (2016). Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 117 :371–392.
- [Hill, 1965] Hill, R. (1965). Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 13(2) :89–101.
- [Huguenin, 2012] Huguenin, P. (2012). *Amorçage des fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables austénitiques pré-déformés et exposés au milieu primaire des réacteurs à eau sous pression*. phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Hutchinson and Hill, 1966] Hutchinson, J. W. and Hill, R. (1966). Elastic-plastic behaviour of polycrystalline metals and composites. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, 319(1537) :247–272. Publisher : Royal Society.
- [Hwang et al., 2023] Hwang, S., Oh, W.-J., Kim, D.-H., Kim, J. G., Oh, J. S., Nam, T.-H., Kim, C.-S., and Lee, T. (2023). Optimizing interlayer cooling for SUS316L thin wall fabricated by directed energy deposition. *Journal of Materials Research and Technology*, 23 :5239–5245.
- [Iacoviello et al., 1999] Iacoviello, F., Boniardi, M., and La Vecchia, G. M. (1999). Fatigue crack propagation in austeno-ferritic duplex stainless steel 22 Cr 5 Ni. *International Journal of Fatigue*, 21(9) :957–963.
- [Iams et al., 2020] Iams, A. D., Keist, J. S., and Palmer, T. A. (2020). Formation of Austenite in Additively Manufactured and Post-Processed Duplex Stainless Steel Alloys. *Metall Mater Trans A*, 51(2) :982–999.
- [Ishikawa et al., 2022] Ishikawa, S., Yamashita, T., Kiryu, T., Chai, Y. W., and Kimura, Y. (2022). Effect of Mo addition on laves phase precipitation behavior in Fe-20%Cr-x%Nb alloys. *Materials Characterization*, 190 :112077.

- [ISO :12107, 2012] ISO :12107 (2012). Matériaux métalliques Essais de fatigue Programmation et analyse statistique de données. Technical Report ISO 12107 :2012.
- [ISO :8044, 2020] ISO :8044 (2020). Corrosion des métaux et alliages - Vocabulaire. Technical report.
- [ISO/ASTM :52900, 2021] ISO/ASTM :52900 (2021). Additive manufacturing - General principles - Fundamentals and vocabulary :. Technical Report ISO/ASTM 52900, BSI British Standards.
- [Jaffré, 2021] Jaffré, K. (2021). *Influence of mechanical surface treatments on oxide films properties formed on 304L stainless steels in simulated BWR and PWR primary water*. These de doctorat, Lyon.
- [Jiang et al., 2020] Jiang, D., Birbilis, N., Hutchinson, C., and Brameld, M. (2020). On the Microstructure and Electrochemical Properties of Additively Manufactured Duplex Stainless Steels Produced Using Laser-Powder Bed Fusion. *Corrosion*, 76(9) :871–883.
- [Jiang et al., 2022] Jiang, D., Gao, X., Zhu, Y., Hutchinson, C., and Huang, A. (2022). In-situ duplex structure formation and high tensile strength of super duplex stainless steel produced by directed laser deposition. *Materials Science and Engineering : A*, 833 :142557.
- [Jiang et al., 2013] Jiang, Y., Tan, H., Wang, Z., Hong, J., Jiang, L., and Li, J. (2013). Influence of Creq/Nieq on pitting corrosion resistance and mechanical properties of UNS S32304 duplex stainless steel welded joints. *Corrosion Science*, 70 :252–259.
- [Jinlong et al., 2016] Jinlong, L., Tongxiang, L., Chen, W., and Limin, D. (2016). Effect of ultrafine grain on tensile behaviour and corrosion resistance of the duplex stainless steel. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*, 62 :558–563.
- [Joly-Marcelin, 2012] Joly-Marcelin, S. (2012). *Etude de la corrosion caverneuse d'un acier inoxydable martensitique : utilisation d'une cellule à couche mince*. PhD thesis.
- [Järvenpää et al., 2014] Järvenpää, A., Karjalainen, L. P., and Jaskari, M. (2014). Effect of grain size on fatigue behavior of Type 301LN stainless steel. *International Journal of Fatigue*, 65 :93–98.
- [Khairallah et al., 2016] Khairallah, S. A., Anderson, A. T., Rubenchik, A., and King, W. E. (2016). Laser powder-bed fusion additive manufacturing : Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones. *Acta Materialia*, 108 :36–45.
- [Kocks and Mecking, 2003] Kocks, U. F. and Mecking, H. (2003). Physics and phenomenology of strain hardening : the FCC case. *Progress in Materials Science*, 48(3) :171–273.
- [Krapez and Pacou, 2002] Krapez, J.-C. and Pacou, D. (2002). Thermography detection of early thermal effects during fatigue tests of steel and aluminum samples. In *AIP conference proceedings*, volume 615, pages 1545–1552. American Institute of Physics. Issue : 1.
- [Kröner, 1961] Kröner, E. (1961). Zur plastischen verformung des vielkristalls. *Acta Metallurgica*, 9(2) :155–161.
- [Kunz et al., 2020] Kunz, J., Boontanom, A., Herzog, S., Suwanpinij, P., Kaletsch, A., and Broeckmann, C. (2020). Influence of hot isostatic pressing post-treatment on the microstructure and mechanical behavior of standard and super duplex stainless steel produced by laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering : A*, 794 :139806.
- [La Rosa and Risitano, 2000] La Rosa, G. and Risitano, A. (2000). Thermographic methodology for rapid determination of the fatigue limit of materials and mechanical components. *International Journal of Fatigue*, 22(1) :65–73.
- [Lacombe et al., 1990] Lacombe, P., Baroux, B., and Béranger, G. (1990). *Les aciers inoxydables*. EDP Sciences, les éditions de physique edition.
- [Laghoutaris, 2009] Laghoutaris, P. (2009). *Corrosion sous contrainte de l'alliage 600 en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression : apport à la compréhension des mécanismes*. phdthesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [Lakhdari, 2020] Lakhdari, M. A. (2020). *Relation entre la microstructure et les propriétés d'acier superduplex inoxydable : influence de la topologie et de la fraction de phases*. phdthesis, Université Grenoble Alpes [2020-....].
- [Le, 2016] Le, V. D. (2016). *Etude de l'influence des hétérogénéités microstructurales sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles des alliages d'aluminium de fonderie*. phdthesis, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM.
- [Le et al., 2018] Le, V.-D., Saintier, N., Morel, F., Bellett, D., and Osmond, P. (2018). Investigation of the effect of porosity on the high cycle fatigue behaviour of cast Al-Si alloy by X-ray micro-tomography. *International Journal of Fatigue*, 106 :24–37.

- [Lee and Uhlig, 1972] Lee, H. H. and Uhlig, H. H. (1972). Corrosion fatigue of type 4140 high strength steel. *Metall Trans*, 3(11) :2949–2957.
- [Lee et al., 1999] Lee, K. M., Cho, H. S., and Choi, D. C. (1999). Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of delta/gamma interface boundary and growth of austenite. *Journal of Alloys and Compounds*, 285(1) :156–161.
- [Lehr, 1926] Lehr, E. (1926). Die Dauerfestigkeit, ihre Bedeutung für die Praxis und ihre kurzfristige Ermittlung mittels neuartiger Prüfmaschinen. *Glaser's Ann. Gew*, 99 :109–114.
- [Lemaitre et al., 2020] Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Benallal, A., and Desmorat, R. (2020). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod edition.
- [Leuders et al., 2014] Leuders, S., Lienenke, T., Lammers, S., Tröster, T., and Niendorf, T. (2014). On the fatigue properties of metals manufactured by selective laser melting — The role of ductility. *Journal of Materials Research*, 29(17) :1911–1919.
- [Leymonie et al., 1989] Leymonie, C., Molière, M., Riollet, G., Thauvin, G., Verdier, Y., and Vittemant, B. (1989). Influence of pre-existing pits on fatigue-corrosion of a low Ni-Cr-Mo-V steel alloy. *Comptes Rendus Physique*, 308 :1149–1152.
- [Li, 2019] Li, X. (2019). *Microstructural development of duplex stainless steels during thermomechanical processing*. Thesis, UNSW Sydney.
- [Lieurade, 1998] Lieurade, H.-P. (1998). Essais de fatigue-corrosion.
- [Limodin et al., 2014] Limodin, N., El Bartali, A., Wang, L., Lachambre, J., Buffiere, J.-Y., and Charkaluk, E. (2014). Application of X-ray microtomography to study the influence of the casting microstructure upon the tensile behaviour of an Al-Si alloy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 324 :57–62.
- [Lin et al., 1981] Lin, L. F., Chao, C. Y., and Macdonald, D. D. (1981). A Point Defect Model for Anodic Passive Films : II . Chemical Breakdown and Pit Initiation. *J. Electrochem. Soc.*, 128(6) :1194–1198.
- [Liverani et al., 2020] Liverani, E., Lutey, A. H. A., Ascari, A., and Fortunato, A. (2020). The effects of hot isostatic pressing (HIP) and solubilization heat treatment on the density, mechanical properties, and microstructure of austenitic stainless steel parts produced by selective laser melting (SLM). *Int J Adv Manuf Technol*, 107(1) :109–122.
- [Locati, 1955] Locati, L. (1955). Le prove di fatica come ausilio alla progettazione ed alla produzione. *Metallurgia Italiana*, 9(47) :301–308.
- [Loh et al., 2018] Loh, G. H., Pei, E., Harrison, D., and Monzón, M. D. (2018). An overview of functionally graded additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 23 :34–44.
- [Lukás and Kunz, 2004] Lukás, P. and Kunz, L. (2004). Role of persistent slip bands in fatigue. *Philosophical Magazine - PHILOS MAG*, 84 :317–330.
- [Luo et al., 2021] Luo, S., Fu, A., Liu, M., Xue, Y., Lv, N., and Han, Y. (2021). Stress corrosion cracking behavior and mechanism of super 13Cr stainless steel in simulated O₂/CO₂ containing 3.5 wt% NaCl solution. *Engineering Failure Analysis*, 130 :105748.
- [Luong, 1995] Luong, M. P. (1995). Infrared thermographic scanning of fatigue in metals. *Nuclear Engineering and Design*, 158(2) :363–376.
- [Luong, 1998] Luong, M. P. (1998). Fatigue limit evaluation of metals using an infrared thermographic technique. *Mechanics of Materials*, 28(1) :155–163.
- [Ma et al., 2020] Ma, C. Y., Zhou, L., Zhang, R. X., Li, D. G., Shu, F. Y., Song, X. G., and Zhao, Y. Q. (2020). Enhancement in mechanical properties and corrosion resistance of 2507 duplex stainless steel via friction stir processing. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(4) :8296–8305.
- [Macdonald, 1992] Macdonald, D. (1992). The Point Defect Model for the Passive State. *Journal of the Electrochemical Society*, 12 :3434–3449.
- [Maetz, 2014] Maetz, J.-Y. (2014). *Évolution de la microstructure d'un acier inoxydable lean duplex lors du vieillissement*. phdthesis, INSA de Lyon.
- [Maier et al., 2022] Maier, A., Munk, A., Kühl, A., Rühr, M., Hentschel, O., Kaufmann, F., Schrauder, J., Roth, S., and Schmidt, M. (2022). Influence of process parameters on microstructural and mechanical properties of duplex stainless steel 2205 (1.4462) processed by DED-LB\M. *Procedia CIRP*, 111 :241–246.
- [Maitournam, 2017] Maitournam, H. (2017). *Matériaux et structures anélastiques*.

- [Maquin and Pierron, 2009] Maquin, F. and Pierron, F. (2009). Heat dissipation measurements in low stress cyclic loading of metallic materials : From internal friction to micro-plasticity. *Mechanics of Materials*, 41(8) :928–942.
- [Mareau, 2007] Mareau, C. (2007). *Modélisation micromécanique de l'échauffement et de la microplasticité des aciers sous sollicitations cycliques*. phdthesis, Arts et Métiers ParisTech.
- [Mareau et al., 2012] Mareau, C., Favier, V., Weber, B., Galtier, A., and Berveiller, M. (2012). Micromechanical modeling of the interactions between the microstructure and the dissipative deformation mechanisms in steels under cyclic loading. *International Journal of Plasticity*, 32-33 :106–120.
- [Marinelli et al., 2009] Marinelli, M.-C., El Bartali, A., Signorelli, J. W., Evrard, P., Aubin, V., Alvarez-Armas, I., and Degallaix-Moreuil, S. (2009). Activated slip systems and microcrack path in LCF of a duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 509(1) :81–88.
- [Mclean et al., 2022] Mclean, N., Bermingham, M. J., Colegrove, P., Sales, A., Soro, N., Ng, C. H., and Dargusch, M. S. (2022). Effect of Hot Isostatic Pressing and heat treatments on porosity of Wire Arc Additive Manufactured Al 2319. *Journal of Materials Processing Technology*, 310 :117769.
- [Merot, 2021] Merot, P. (2021). *Effet des défauts de fabrication et de corrosion sur le comportement en fatigue d'un acier 316L obtenu par fabrication additive*. phdthesis, HESAM Université.
- [Milhomme et al., 2021] Milhomme, S., Lartigau, J., Brugger, C., and Froustey, C. (2021). Bead geometry prediction using multiple linear regression analysis : Application to Ti-6Al-4V beads made by laser metal powder deposition. *Int J Adv Manuf Technol*.
- [Miner, 1945] Miner, M. A. (1945). Cumulative Damage in Fatigue. *Journal of Applied Mechanics*, 12(3) :A159–A164.
- [Mireles et al., 2012] Mireles, J., Espalin, D., Roberson, D., Zinniel, B., Medina, F., and Wicker, R. (2012). Fused deposition modeling of metals. *23rd Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium - An Additive Manufacturing Conference, SFF 2012*, pages 836–845.
- [Mlikota et al., 2022] Mlikota, M., Dogahe, K., Schmauder, S., and Božić, Z. (2022). Influence of the grain size on the fatigue initiation life curve. *International Journal of Fatigue*, 158 :106562.
- [Moore and Kommers, 1921] Moore, H. F. and Kommers, J. B. (1921). Fatigue of metals under repeated stress. *Chemical and Metallurgical Engineering*, 25(25) :1141–1144.
- [Moverare and Odén, 2002] Moverare, J. J. and Odén, M. (2002). Deformation behaviour of a prestrained duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 337(1) :25–38.
- [Muller, 2013] Muller, P. (2013). *Fabrication additive de pièces multimatériaux*. phdthesis, Ecole Centrale de Nantes (ECN).
- [Munier, 2012] Munier, R. (2012). *Etude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'auto-échauffement sous sollicitation cyclique : essais, observations, modélisation et influence d'une pré-déformation plastique*. phdthesis, Université de Bretagne occidentale - Brest.
- [Munier et al., 2017] Munier, R., Doudard, C., Calloch, S., and Weber, B. (2017). Identification of the micro-plasticity mechanisms at the origin of self-heating under cyclic loading with low stress amplitude. *International Journal of Fatigue*, 103 :122–135.
- [Murakami, 2002] Murakami, Y. (2002). *Metal Fatigue : Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*. Elsevier Science Ltd, Oxford Boston.
- [Murakami et al., 2019] Murakami, Y., Masuo, H., Tanaka, Y., and Nakatani, M. (2019). Defect Analysis for Additively Manufactured Materials in Fatigue from the Viewpoint of Quality Control and Statistics of Extremes. *Procedia Structural Integrity*, 19 :113–122.
- [Murkute et al., 2020] Murkute, P., Pasebani, S., and Burkan Isgor, O. (2020). Metallurgical and Electrochemical Properties of Super Duplex Stainless Steel Clads on Low Carbon Steel Substrate produced with Laser Powder Bed Fusion. *Sci Rep*, 10(1) :10162. Number : 1 Publisher : Nature Publishing Group.
- [Naghizadeh and Moayed, 2015] Naghizadeh, M. and Moayed, M. H. (2015). Investigation of the effect of solution annealing temperature on critical pitting temperature of 2205 duplex stainless steel by measuring pit solution chemistry. *Corrosion Science*, 94 :179–189.
- [Newman, 2010] Newman, R. (2010). Pitting Corrosion of Metals. *Electrochemical Society Interface*, 19 :33–38.
- [NF/EN :10020, 2000] NF/EN :10020 (2000). Définition et classification des nuances d'acier.
- [Nguejio et al., 2019] Nguejio, J., Szmytka, F., Hallais, S., Tanguy, A., Nardone, S., and Godino Martinez, M. (2019). Comparison of microstructure features and mechanical properties for additive manufactured and wrought nickel alloys 625. *Materials Science and Engineering : A*, 764 :138214.

- [Nigon et al., 2020] Nigon, G. N., Isgor, O. B., and Pasebani, S. (2020). Effect of Build Orientation and Annealing on Corrosion Resistance of Additively Manufactured Duplex Stainless Steel in 3.5% NaCl. *J. Electrochem. Soc.*, 167(14) :141508. Publisher : IOP Publishing.
- [Nilsson, 1992] Nilsson, J.-O. (1992). Super duplex stainless steels. *Materials Science and Technology*, 8 :685–700.
- [Norton, 1929] Norton, F. H. (1929). *The Creep of Steel at High Temperatures*. McGraw-Hill book Company, Incorporated. Google-Books-ID : vswxAAAAMAAJ.
- [Oldfield and Sutton, 1978a] Oldfield, J. W. and Sutton, W. H. (1978a). Crevice Corrosion of Stainless Steels : I. A Mathematical Model. *British Corrosion Journal*, 13(1) :13–22. Publisher : SAGE Publications.
- [Oldfield and Sutton, 1978b] Oldfield, J. W. and Sutton, W. H. (1978b). Crevice Corrosion of Stainless Steels : II. Experimental studies. *British Corrosion Journal*, 13(3) :104–111. Publisher : SAGE Publications.
- [Osta, 2013] Osta, J. (2013). Super-duplex steels that resist corrosion in demanding topside oil and gas installations.
- [Ou et al., 2018] Ou, W., Mukherjee, T., Knapp, G. L., Wei, Y., and DebRoy, T. (2018). Fusion zone geometries, cooling rates and solidification parameters during wire arc additive manufacturing. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 127 :1084–1094.
- [Palin-Luc et al., 2010] Palin-Luc, T., Pérez-Mora, R., Bathias, C., Domínguez, G., Paris, P. C., and Arana, J. L. (2010). Fatigue crack initiation and growth on a steel in the very high cycle regime with sea water corrosion. *Engineering Fracture Mechanics*, 77(11) :1953–1962.
- [Papula et al., 2019] Papula, S., Song, M., Pateras, A., Chen, X.-B., Brandt, M., Easton, M., Yagodzinsky, Y., Virkkunen, I., and Hänninen, H. (2019). Selective Laser Melting of Duplex Stainless Steel 2205 : Effect of Post-Processing Heat Treatment on Microstructure, Mechanical Properties, and Corrosion Resistance. *Materials*, 12(15) :2468. Number : 15 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- [Peyre and Vignal, 2019] Peyre, P. and Vignal, V. (2019). Traitements de surface par laser et tenue à la corrosion aqueuse. *Techniques de l'Ingénieur*.
- [Pickering, 1989] Pickering, H. W. (1989). The significance of the local electrode potential within pits, crevices and cracks. *Corrosion Science*, 29(2) :325–341.
- [Pickering and Frankenthal, 1972] Pickering, H. W. and Frankenthal, R. P. (1972). On the Mechanism of Localized Corrosion of Iron and Stainless Steel : I . Electrochemical Studies. *J. Electrochem. Soc.*, 119(10) :1297. Publisher : IOP Publishing.
- [Pierron, 2018] Pierron, Q. (2018). *Caractérisation de la fatigue des assemblages soudés soumis à des chargements à amplitude variable*. phdthesis, Université Paris Saclay (COMUE).
- [Pohl et al., 2007] Pohl, M., Storz, O., and Glogowski, T. (2007). Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*, 58(1) :65–71.
- [Polák, 2005] Polák, J. (2005). CYCLIC PLASTIC RESPONSE AND FATIGUE LIFE OF DUPLEX AND SUPERDUPLEX STAINLESS STEELS. *Kovove Mater*.
- [Poncelet, 1839] Poncelet, J. V. (1839). *Mécanique industrielle*. Leroux et Comp. Google-Books-ID : US8PAAAAQAAJ.
- [Prot, 1937] Prot, M. (1937). Un nouveau type de machine d'essai des métaux à la fatigue par flexion rotative. *Rev. Met. Paris*, 34(7) :440–442. Number : 7 Publisher : EDP Sciences.
- [Pulugurtha et al., 2009] Pulugurtha, S., Newkirk, J., Liou, F., and Chou, H.-N. (2009). Functionally Graded Materials by Laser Metal Deposition. *Proceedings of the 20th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium (2009, Austin, TX)*, pages 454–469.
- [Raffes et al., 2020] Raffes, I., Vroomen, U., Adjei-Kyeremeh, F., Großmann, D., Hammelrath, H., Westhoff, E., Bremen, S., Boscolo Bozza, D., and Bührig-Polaczek, A. (2020). Comparative investigations into microstructural and mechanical properties of as-cast and laser powder bed fusion (LPBF) fabricated duplex steel (1.4517). *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 51(4) :432–444. eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/mawe.201900136>.
- [Rajesh Kannan et al., 2020] Rajesh Kannan, A., Siva Shanmugam, N., Rajkumar, V., and Vishnukumar, M. (2020). Insight into the microstructural features and corrosion properties of wire arc additive manufactured super duplex stainless steel (ER2594). *Materials Letters*, 270 :127680.
- [Ramirez et al., 2003] Ramirez, A. J., Lippold, J. C., and Brandi, S. D. (2003). The relationship between chromium nitride and secondary austenite precipitation in duplex stainless steels. *Metall Mater Trans A*, 34(8) :1575–1597.

- [Rankine, 1843] Rankine, W. J. M. (1843). On the causes of the unexpected breakage of the journals of railway axles ; and on the mean of preventing such accidents by observing the law of continuity in their construction. *Journal of the Franklin Institute*, 36(3) :178–180.
- [Razavi and Berto, 2019] Razavi, S. M. J. and Berto, F. (2019). Directed Energy Deposition versus Wrought Ti-6Al-4V : A Comparison of Microstructure, Fatigue Behavior, and Notch Sensitivity. *Advanced Engineering Materials*, 21(8) :1900220. eprint : <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/adem.201900220>.
- [Robinson and Scott, 1997] Robinson, J. L. and Scott, M. H. (1997). Liquefaction cracking during the welding of austenitic stainless steels and nickel alloys. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, 295(1413) :105–117. Publisher : Royal Society.
- [Roucou et al., 2023] Roucou, D., Corre, T., Rolland, G., and Lazarus, V. (2023). Effect of the deposition direction on fracture propagation in a Duplex Stainless Steel manufactured by Directed Energy Deposition. *Materials Science and Engineering : A*, 878 :145176.
- [Roux, 2016] Roux, C. (2016). *Dimensionnement en fatigue multiaxiale des toiles de roues ferroviaires sous sollicitations multi-paramètres à amplitude variable*. phdthesis, Université Paris Saclay (COMUE).
- [Roué, 2020] Roué, V. (2020). *Détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles à partir de mesures d'auto-échauffement sous sollicitations cycliques : application aux alliages métalliques pour turboréacteurs aéronautiques*. phdthesis, ENSTA Bretagne - École nationale supérieure de techniques avancées Bretagne.
- [Roué et al., 2019] Roué, V., Doudard, C., Calloch, S., Mattiello, A., and D'Andrebo, Q. P. (2019). Utilisation de la méthode d'auto-échauffement à haute-température pour la détermination rapide des propriétés en fatigue à grand nombre de cycles de deux alliages métalliques pour turboréacteurs aéronautiques. page 9.
- [Roué et al., 2020] Roué, V., Doudard, C., Calloch, S., Pujol d'Andrebo, Q., Corpacce, F., and Guévenoux, C. (2020). Simulation-based investigation of the reuse of unbroken specimens in a staircase procedure : Accuracy of the determination of fatigue properties. *International Journal of Fatigue*, 131 :105288.
- [Roy et al., 2019] Roy, T., Abrahams, R., Paradowska, A., Lai, Q., Mutton, P., Soodi, M., Fasihi, P., and Yan, W. (2019). Evaluation of the mechanical properties of laser clad hypereutectoid steel rails. *Wear*, 432-433 :202930.
- [Saeidi et al., 2016] Saeidi, K., Kevetkova, L., Lofaj, F., and Shen, Z. (2016). Novel ferritic stainless steel formed by laser melting from duplex stainless steel powder with advanced mechanical properties and high ductility. *Materials Science and Engineering : A*, 665 :59–65.
- [Sales et al., 2021] Sales, A., Kotousov, A., and Yin, L. (2021). Design against Fatigue of Super Duplex Stainless Steel Structures Fabricated by Wire Arc Additive Manufacturing Process. *Metals*, 11(12) :1965. Number : 12 Publisher : Multidisciplinary Digital Publishing Institute.
- [Salvetr et al., 2022] Salvetr, P., Školáková, A., Melzer, D., Brázda, M., Duchoň, J., Drahokoupil, J., Svara, P., Msallamová, S., and Novák, P. (2022). Characterization of super duplex stainless steel SAF2507 deposited by directed energy deposition. *Materials Science and Engineering : A*, 857 :144084.
- [Schaeffler, 1948] Schaeffler, A. L. (1948). Welding dissimilar metals with stainless electrodes. *Iron Age*, 162(7) :72–79.
- [Schaeffler, 1949] Schaeffler, A. L. (1949). Constitution diagram for stainless steel weld metal. *Metal progress*, 56(11) :680.
- [Schütz, 1996] Schütz, W. (1996). A history of fatigue. *Engineering Fracture Mechanics*, 54(2) :263–300.
- [Scipioni Bertoli et al., 2017] Scipioni Bertoli, U., Guss, G., Wu, S., Matthews, M. J., and Schoenung, J. M. (2017). In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing. *Materials & Design*, 135(C). Institution : Lawrence Livermore National Lab. (LLNL), Livermore, CA (United States) Number : LLNL-JRNL-738525 Publisher : Elsevier.
- [Sibisi et al., 2020] Sibisi, P., Popoola, P., Arthur, N., and Pityana, S. (2020). Review on direct metal laser deposition manufacturing technology for the Ti-6Al-4V alloy. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 107.
- [Sieurin and Sandström, 2007] Sieurin, H. and Sandström, R. (2007). Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205. *Materials Science and Engineering : A*, 444(1) :271–276.
- [Singh et al., 2018] Singh, S., Garg, A., Singh, H., Panda, B., Peng, X., and Zhang, Q. (2018). Review of materials used in laser-aided additive manufacturing processes to produce metallic products. *Frontiers of Mechanical Engineering*, 14.
- [Singh et al., 2017] Singh, S., Ramakrishna, S., and Singh, R. (2017). Material issues in additive manufacturing : A review. *Journal of Manufacturing Processes*, 25 :185–200.

- [Singh et al., 2020] Singh, T., Kumar, S., and Sehgal, S. (2020). 3D printing of engineering materials : A state of the art review. *Materials Today : Proceedings*, 28 :1927–1931.
- [Smith et al., 2019] Smith, T. R., Sugar, J. D., Schoenung, J. M., and San Marchi, C. (2019). Relationship between manufacturing defects and fatigue properties of additive manufactured austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering : A*, 765 :138268.
- [Soleimani et al., 2020] Soleimani, M., Mirzadeh, H., and Dehghanian, C. (2020). Effect of grain size on the corrosion resistance of low carbon steel. *Mater. Res. Express*, 7(1) :016522. Publisher : IOP Publishing.
- [Soltis, 2015] Soltis, J. (2015). Passivity breakdown, pit initiation and propagation of pits in metallic materials – Review. *Corrosion Science*, 90 :5–22.
- [Staehle, 1995] Staehle, R. W. (1995). Engineering with advanced and new materials. *Materials Science and Engineering : A*, 198(1) :245–256.
- [Stef et al., 2018] Stef, J., Poulon-Quintin, A., Redjaimia, A., Ghanbaja, J., Ferry, O., De Sousa, M., and Gouné, M. (2018). Mechanism of porosity formation and influence on mechanical properties in selective laser melting of Ti-6Al-4V parts. *Materials & Design*, 156 :480–493.
- [Stockert and Böhni, 1989] Stockert, L. and Böhni, H. (1989). Susceptibility to Crevice Corrosion and Metastable Pitting of Stainless Steels. *Materials Science Forum*, 44-45 :313–328. Publisher : Trans Tech Publications Ltd.
- [Stragiotti et al., 2022] Stragiotti, E., Irisarri, F.-X., Julien, C., and Morlier, J. (2022). Optimisation des structures lattices : une comparaison entre le layout optimization et l’optimisation topologique.
- [Stromeyer, 1914] Stromeyer, C. (1914). *The Determination of Fatigue Limits under Alternating Stress Conditions*. Royal Society of London.
- [Sunada et al., 2006] Sunada, S., Kariba, M., Majima, K., and Sugimoto, K. (2006). Influences of Concentrations of H₂SO₄ and NaCl on Stress Corrosion Cracking of SUS304 Stainless Steel in H₂SO₄–NaCl Aqueous Solutions. *Materials Transactions*, 47(2) :364–370.
- [Szymtka, 2016] Szymtka, F. (2016). *Contributions au dimensionnement de structures automobiles à la fatigue thermomécanique*. PhD thesis.
- [Taheri et al., 2017] Taheri, H., Koester, L., Bigelow, T., Collins, P., and Bond, L. (2017). Powder-based additive manufacturing-a review of types of defects, generation mechanisms, detection, property evaluation and metrology. *Int. J. Additive and Subtractive Materials Manufacturing*, 1 :172–209.
- [Tan et al., 2009] Tan, H., Jiang, Y., Deng, B., Sun, T., Xu, J., and Li, J. (2009). Effect of annealing temperature on the pitting corrosion resistance of super duplex stainless steel UNS S32750. *Materials Characterization*, 60(9) :1049–1054.
- [Taraf, 2008] Taraf, M. (2008). *Endommagement par fatigue de contact d’une roue ferroviaire : étude numérique par éléments finis*. phdthesis, Université Paul Verlaine - Metz.
- [Telmen, 2023] Telmen, B. (2023). *Elaboration de stratégie des réparations additive de structure soumise à des chargements cycliques. Application à l’acier 316L pour composant nucléaire* | *Theses.fr*. thesis, Institut polytechnique de Paris.
- [Telmen et al., 2023] Telmen, B., Szymtka, F., Gloanec, A.-L., Thuriéau, N., and Rolland, G. (2023). Parametric Analysis of Direct Energy Deposited 316 L-Si powder on 316 L Parts. *Int J Adv Manuf Technol*.
- [Tian et al., 2014] Tian, W., Du, N., Li, S., Chen, S., and Wu, Q. (2014). Metastable pitting corrosion of 304 stainless steel in 3.5% NaCl solution. *Corrosion Science*, 85 :372–379.
- [Tomaselli et al., 2011] Tomaselli, A. C., Valente, A., and Camargo, F. C. (2011). Super Duplex SAF 2507 as Alternative for Standard 316L in Hydraulic and Instrumentation Tubing on Topside. *OnePetro*.
- [Tsai and Chen, 2000] Tsai, W.-T. and Chen, M.-S. (2000). Stress corrosion cracking behavior of 2205 duplex stainless steel in concentrated NaCl solution. *Corrosion Science*, 42(3) :545–559.
- [Valiente Bermejo et al., 2021] Valiente Bermejo, M. A., Thalavai Pandian, K., Axelsson, B., Harati, E., Kisielewicz, A., and Karlsson, L. (2021). Microstructure of laser metal deposited duplex stainless steel : Influence of shielding gas and heat treatment. *Weld World*, 65(3) :525–541.
- [Wang et al., 2016] Wang, L., Limodin, N., El Bartali, A., Witz, J.-F., Seghir, R., Buffiere, J.-Y., and Charkaluk, E. (2016). Influence of pores on crack initiation in monotonic tensile and cyclic loadings in lost foam casting A319 alloy by using 3D in-situ analysis. *Materials Science and Engineering : A*, 673 :362–372.
- [Wang et al., 2018] Wang, R., Imagawa, M., Honda, M., Mori, T., and Fukuhara, H. (2018). Double-loop electrochemical potentiokinetic reactivation behaviour of continuously cooled SUS329J4L duplex stainless steel. *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 53(sup1) :44–50. Publisher : Taylor & Francis -eprint : <https://doi.org/10.1080/1478422X.2017.1372246>.

- [Wang et al., 2019] Wang, X., Du, K., Zhou, Q., Ou, P., Zhang, D., Yang, W., and Yu, Y. (2019). Laser melting deposition of duplex stainless-steel coating on high strength low alloy pipeline steels for improving wear and corrosion resistance. *Materials Express*, 9(9) :1009–1016.
- [Weber and Uggowitzer, 1998] Weber, L. and Uggowitzer, P. J. (1998). Partitioning of chromium and molybdenum in super duplex stainless steels with respect to nitrogen and nickel content. *Materials Science and Engineering : A*, 242(1) :222–229.
- [Welter, 1937] Welter, G. (1937). Essais d’endurance par traction et compression. *Wlad. Inst. Met*, 32.
- [Wen et al., 2020] Wen, J.-H., Zhang, L.-J., Ning, J., Xue, F., Lei, X.-W., Zhang, J.-X., and Na, S.-J. (2020). Laser additively manufactured intensive dual-phase steels and their microstructures, properties and corrosion resistance. *Materials & Design*, 192 :108710.
- [Wöhler, 1867] Wöhler, A. (1867). Wöhler’s experiments on the strength of metals. *Engineering*, 4 :160–161.
- [Wöhler, 1870] Wöhler, A. (1870). *Über die Festigkeitsversuche mit Eisen und Stahl*. Ernst & Korn. Google-Books-ID : VpTKLIX5Wj4C.
- [Xu et al., 2008] Xu, S., Wu, X. Q., Han, E. H., Ke, W., and Katada, Y. (2008). Crack initiation mechanisms for low cycle fatigue of type 316Ti stainless steel in high temperature water. *Materials Science and Engineering : A*, 490(1) :16–25.
- [Zhang et al., 2022] Zhang, D., Liu, A., Yin, B., and Wen, P. (2022). Additive manufacturing of duplex stainless steels - A critical review. *Journal of Manufacturing Processes*, 73 :496–517.
- [Zhang et al., 2009] Zhang, L., Zhang, W., Jiang, Y., Deng, B., Sun, D., and Li, J. (2009). Influence of annealing treatment on the corrosion resistance of lean duplex stainless steel 2101. *Electrochimica Acta*, 54(23) :5387–5392.
- [Zhang et al., 2021a] Zhang, S., Wang, Q., Yang, R., and Dong, C. (2021a). Composition equivalents of stainless steels understood via gamma stabilizing efficiency. *Sci Rep*, 11(1) :5423. Publisher : Nature Publishing Group.
- [Zhang et al., 2021b] Zhang, Y., Cheng, F., and Wu, S. (2021b). Improvement of pitting corrosion resistance of wire arc additive manufactured duplex stainless steel through post-manufacturing heat-treatment. *Materials Characterization*, 171 :110743.
- [Zhang et al., 2017] Zhang, Z., Jing, H., Xu, L., Han, Y., Zhao, L., and Zhang, J. (2017). Influence of microstructure and elemental partitioning on pitting corrosion resistance of duplex stainless steel welding joints. *Applied Surface Science*, 394 :297–314.
- [Zhong et al., 2005] Zhong, M., Sun, H., Liu, W., Zhu, X., and He, J. (2005). Boundary liquation and interface cracking characterization in laser deposition of Inconel 738 on directionally solidified Ni-based superalloy. *Scripta Materialia*, 53(2) :159–164.
- [Zhou et al., 2017] Zhou, D., Wang, J., Han, Z., Liu, X., and Mao, J. (2017). Corrosion behavior of Tinsplate in Aerated and Deaerated NaCl Solution. *International Journal of Electrochemical Science*, 12 :639–651.
- [Örnek and Engelberg, 2015] Örnek, C. and Engelberg, D. L. (2015). SKPFM measured Volta potential correlated with strain localisation in microstructure to understand corrosion susceptibility of cold-rolled grade 2205 duplex stainless steel. *Corrosion Science*, 99 :164–171.

Titre : Caractérisation et modélisation de la tenue à la fatigue et à la corrosion de l'acier inoxydable super duplex 2507 obtenu par fabrication additive LP-DED

Mots clés : Fabrication additive, Acier inoxydable super duplex, Fatigue, Corrosion

Résumé : L'objectif principal de cette thèse est de proposer une étude approfondie du couple "Acier inoxydable super duplex 2507 – procédé Laser Powder-Direct Energy Deposition (LP-DED)" et d'établir une démarche d'optimisation du processus de fabrication (avec ou sans traitement thermique) en termes de propriétés mécaniques et électrochimiques. Pour atteindre cet objectif, plusieurs étapes sont entreprises.

Tout d'abord, des critères pour évaluer la qualité du matériau déposé par fabrication additive sont définis. Cela aboutit à l'optimisation des paramètres d'impression en utilisant la machine LP-DED BeAM Mobile-004 et la poudre d'acier inoxydable super duplex SAF2507.

Ensuite, l'impact du procédé sur la microstructure est évalué ainsi que de divers traitements thermiques appliqués à la matière brute fabriquée par procédé LP-DED. Une comparaison avec un acier forgé de même nuance est également proposé et permet de mettre en perspective les différences et points communs entre les procédés conventionnels et la fabrication additive métallique.

Des essais de traction uniaxiale, de dureté, de corro-

sion par piqûre et des campagnes d'essais de fatigue sont alors menés sur les différents matériaux obtenus. Cette phase expérimentale permet d'étudier l'influence de la microstructure et d'observer les variations des propriétés examinées.

Enfin, en ouverture, un modèle est proposé pour décrire le comportement en fatigue observé sur l'acier inoxydable super duplex 2507. Ce modèle tient compte du caractère biphasique du matériau, chaque phase présentant un comportement spécifique. La proportion de chaque phase est intégrée pour tenter de refléter les contrastes observés lors des campagnes d'essais de fatigue par auto-échauffement en fonction de la microstructure du matériau.

Cette thèse contribue ainsi à une meilleure compréhension et optimisation du procédé de fabrication additive LP-DED pour l'acier inoxydable super duplex 2507, en mettant en lumière l'importance de la microstructure sur les propriétés mécaniques et électrochimiques du matériau. Elle propose ainsi les procédés et leurs limites pour aboutir à un matériau imprimé avec les propriétés attendues.

Title : Characterisation and modelling of the fatigue and corrosion resistance of 2507 super duplex stainless steel obtained by LP-DED additive manufacturing

Keywords : Additive manufacturing, Super duplex stainless steel, Fatigue, Corrosion

Abstract : The main objective of this thesis is to propose an in-depth study of the "Super duplex 2507 stainless steel - Laser Powder-Direct Energy Deposition (LP-DED) process" combination and to establish an approach for optimising the manufacturing process (with or without heat treatment) in terms of mechanical and electrochemical properties. Several steps are being taken to achieve this objective.

Firstly, criteria for assessing the quality of the material deposited by additive manufacturing are defined. This led to the optimisation of printing parameters using the LP-DED BeAM Mobile-004 machine and SAF2507 super duplex stainless steel powder.

Next, the impact of the process on the microstructure is assessed, as well as the impact of various heat treatments applied to the LP-DED raw material. A comparison with a forged steel of the same grade is also proposed, enabling the differences and similarities between conventional processes and metal additive manufacturing to be put into perspective.

Uniaxial tensile tests, hardness tests, pitting corrosion tests and fatigue test campaigns are then carried out on the various materials obtained. This experimental phase enables the influence of microstructure to be studied and variations in the properties examined to be observed.

Finally, a model is proposed to describe the fatigue behaviour observed in super duplex 2507 stainless steel. This model takes account of the two-phase nature of the material, with each phase exhibiting a specific behaviour. The proportion of each phase is integrated in an attempt to reflect the contrasts observed during self-heating fatigue testing campaigns as a function of the material's microstructure.

This thesis contributes to a better understanding and optimisation of the LP-DED additive manufacturing process for super duplex 2507 stainless steel, by highlighting the importance of the microstructure on the mechanical and electrochemical properties of the material.