



HAL
open science

Relations entre paramètres d'un procédé d'impression 3D MIM-like et performances mécaniques de structures en acier inoxydable 316L

Sophie Badin

► **To cite this version:**

Sophie Badin. Relations entre paramètres d'un procédé d'impression 3D MIM-like et performances mécaniques de structures en acier inoxydable 316L. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Centrale Lille Institut, 2024. Français. NNT : 2024CLIL0023 . tel-04901808

HAL Id: tel-04901808

<https://theses.hal.science/tel-04901808v1>

Submitted on 20 Jan 2025

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.



CENTRALE LILLE

THÈSE

Présentée en vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR

En

Spécialité : Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces

Par

Sophie BADIN

DOCTORAT DÉLIVRÉ PAR CENTRALE LILLE

Titre de la thèse :

Relations entre paramètres d'un procédé d'impression 3D MIM-like et performances mécaniques de structures en acier inoxydable 316L

Soutenue le 2 décembre 2024 devant le jury d'examen :

- Président** Stéphane PANIER, PR, Université de Picardie Jules Verne
Rapportrice Cécile LANGLADE, PR, Université de Technologie de Belfort Montbéliard
Rapporteur Benoît PANICAUD, PR, Université de Technologie de Troyes
Examinatrice Itziar SERRANO, IGR, Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung
Examinateur Jean-François WITZ, IGR CNRS, Centrale Lille Institut
Directeur de thèse Denis NAJJAR, PR, Centrale Lille Institut
Co-directeur de thèse Vincent MAGNIER, MCF, Polytech Lille
Invitée Delphine AUZENE, Ing., CRITT Matériaux Innovation

Thèse préparée dans le Laboratoire de Mécanique, Multiphysique, Multi-échelle (LaMcube)

École Doctorale SPI - ENGSYS 632

Thèse CIFRE avec le CRITT Matériaux Innovation

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier chaleureusement tous les membres de mon jury. Un immense merci à mes rapporteurs, Cécile Langlade et Benoît Panicaud, pour avoir accepté d'évaluer ce long manuscrit. Merci également à Stéphane Panier, pour avoir présidé ce jury et suivi mes travaux depuis le début, ainsi qu'à Itziar Serrano-Munoz, qui a fait le déplacement depuis Berlin. Votre présence et vos retours enrichissants ont donné une dimension particulière à cette soutenance.

Cette thèse n'aurait pas été possible sans mes encadrants académiques. Un immense merci à Denis, pour sa réactivité, ses précieux enseignements en métallographie et son soutien humain dans les moments difficiles. Merci à Vincent, pour sa pédagogie et sa bonne humeur contagieuse, et pour avoir accueilli mes questions, même les plus naïves, avec patience et gentillesse. Enfin, merci à Jean-François, pour son suivi hebdomadaire bienveillant et ses conseils scientifiques éclairés, mais aussi pour les moments de convivialité partagés en dehors du travail – et pour les bières !

Je souhaite ensuite exprimer toute ma gratitude à mes encadrants industriels, Ousseïni et Delphine, pour leur bienveillance, leur gentillesse et leur confiance. Merci plus généralement au CRITT Matériaux Innovation, pour m'avoir offert une grande liberté et autonomie dans ce projet. Un remerciement spécial à tous les membres du CRITT de Charleville pour leur accueil chaleureux, avec une pensée particulière pour le personnel technique, qui m'a accompagnée dans la réalisation des nombreuses expériences. Un grand merci à l'équipe R&D, en particulier à Bruno, Lucas, Michel, Ophélie et Mohamed. Ce fut un réel plaisir de collaborer avec vous. Une pensée spéciale pour Clémence, avec qui j'ai partagé de nombreuses discussions passionnantes où nous avons refait le monde, et pour Marwa et sa grande gentillesse.

Un grand merci également au personnel technique de Lille qui a grandement contribué à la réussite de ce projet. Je remercie en particulier Matthieu et Bruno, pour toutes les heures passées à la fonderie, entre manips et rire. Matthieu, en plus d'être devenu mon nageur préféré, est devenu un peu mon grand frère lillois. Merci à Arnaud et Dimitri, toujours prêts à aider avec enthousiasme malgré un emploi du temps chargé. Merci également au personnel administratif, notamment Karine, Nathalie et Baptiste, sans qui nous ne serions pas grand-chose !

À la dream team « impression 3D », je vous dois énormément ! Vincent, merci pour ton immense gentillesse et pour m'avoir initiée à l'impression 3D MIM-like, ainsi que pour les aventures partagées au-delà du labo. Merci à Ghali et Marwane, dont l'énergie et la bonne humeur ont illuminé notre équipe. Et merci à Quentin D., pour le fou rire mémorable à Aussois (la chenille !!). Vous êtes devenus des amis précieux.

À mes co-bureaux, Antoine et Sun Yu, merci pour les moments de détente et de partage, au bureau comme en dehors. Merci à Antoine pour son aide précieuse en informatique.

Un grand merci à Sylvain et Valentin, les premiers à s'arrêter devant mon bureau, accompagnés de Dimitri et Van... « Café » ? Vous m'avez offert une belle porte d'entrée dans le laboratoire et m'avez aidée à m'intégrer, même dans le contexte compliqué de la pandémie.

Merci également à Mathis, Victor, Morgane, Lucas, Quyen, Michel, Eddy et Quentin C. : votre soutien et tous les beaux moments partagés resteront gravés dans ma mémoire. Vous avez su apporter joie et légèreté, et j'ai beaucoup ri en votre compagnie. Vous êtes devenus des amis précieux, et je ne pourrai jamais assez vous remercier pour cela. Merci également à Joseph, Berjees, Ahmed C., Guilherme, Sara, Adil, Kadir, Moustapha (mon complice de polissage), Adrien, Amine, Nagesh, Qi, Yunlong, Kevin, Théodore, Nicolas, Maël, Asma, Hiba, Victor et Danielle pour leur immense gentillesse. Vous êtes des personnes en or et votre présence va fortement me manquer !

Merci à toutes les personnes de Centrale ou Polytech que j'ai pu côtoyer : Annie, Edouard, Pauline, Laurent P., Amina, Alexandre, Denis L. (meilleure date d'anniversaire), François (un bricolo avec des mains en or), Nikzad, Ana, Laurent C., Ahmed A., Mariem, Rodolphe, Fabien, Nathalie, Pierre, Jean-Baptiste, Manu, Nicolas, Sana ... Ce fut une expérience extrêmement enrichissante de vous rencontrer, tant sur le plan scientifique qu'humain.

Enfin, je tiens à exprimer ma reconnaissance à mes amis hors labo. Merci à Roxane, ma compagne de galère, pour son soutien constant. Merci à Alice et Anis, rencontrées lors d'une formation doctorale, pour leur précieuse amitié. À mes amies Justine, Louise, Aude, Lisa et Clémence, merci pour votre soutien indéfectible depuis toutes ces années. Merci également à Arthur et Judith pour tous les bons moments passés ensemble.

À ma famille, je vous remercie de m'avoir toujours soutenue, sans jamais douter de moi. Et un infini merci à David, mon compagnon, pour son soutien inconditionnel depuis le premier jour et pour avoir été mon pilier dans les moments difficiles.

Lille a été bien plus qu'un lieu de travail : c'est un monde que je me suis construit et qui sera difficile à quitter. J'y ai rencontré des collègues formidables, mais surtout des amis précieux, ainsi qu'une source infinie de joie et d'inspiration. Merci à chacun d'avoir contribué à rendre cette aventure si spéciale.

Introduction générale

La fabrication additive connaît un essor sans précédent depuis la dernière décennie, révolutionnant de nombreux secteurs industriels, tels que l'aérospatial, l'automobile et le biomédical. Ce développement est principalement dû à la capacité de ces technologies à produire des géométries complexes et personnalisées, souvent impossibles à réaliser avec des procédés de fabrication conventionnels, et ce, tout en réduisant les délais et les coûts associés aux outillages spécifiques. Une illustration frappante de l'utilité de la fabrication additive s'est manifestée lors de la crise de la Covid-19, lorsque la technologie a permis de pallier rapidement la pénurie de dispositifs médicaux, démontrant ainsi sa flexibilité et sa réactivité face aux besoins urgents.

Parmi les différents matériaux utilisés en fabrication additive, les métaux attirent particulièrement l'attention en raison de leur potentiel pour la fabrication de pièces fonctionnelles à haute valeur ajoutée. Cependant, malgré cet intérêt croissant, l'impression 3D métallique est confrontée à des défis techniques et économiques, en particulier avec les procédés majoritairement utilisés tels que la fusion sur lit de poudre. Ces procédés, qui consistent à fusionner des poudres métalliques à l'aide d'une source d'énergie, présentent des risques en matière de sécurité en raison de l'explosivité de certaines poudres fines et volatiles, ainsi que des dangers pour la santé des opérateurs. Par ailleurs, le coût des équipements est un obstacle majeur, avec des investissements nécessitant plusieurs centaines de milliers d'euros, voire des millions d'euros, limitant ainsi fortement l'accessibilité de ces technologies.

Face à ces défis, de nouvelles technologies de fabrication additive ont émergé, s'inspirant très largement du moulage par injection de poudres métalliques appelé MIM (*Metal Injection Molding*) et reposant sur des procédés d'extrusion bien établis. Ces technologies, pouvant être regroupées sous le terme de *Metal Extrusion Additive Manufacturing* (MEAM), utilisent un mélange de poudres métalliques et de polymères déposé couche par couche. Une fois le dépôt terminé, les pièces subissent un déliantage pour éliminer les polymères, suivi d'un frittage pour densifier la pièce. La matière première peut se présenter sous forme de granulés, barres ou filaments, ces derniers étant les plus couramment utilisés. Les procédés d'extrusion MEAM permettent de réduire significativement les coûts des équipements et minimisent les risques associés à la manipulation de poudres libres. Cependant, les phases de déliantage et de frittage sont encore majoritairement réalisées dans des fours industriels coûteux, ce qui va à l'encontre de l'objectif initial de réduction des coûts ; ou bien dans des équipements propriétaires, restreignant la recherche et la personnalisation des procédés.

Il devient donc nécessaire de développer des stratégies de frittage économiquement viables, adaptées à des équipements plus accessibles, tout en maintenant les performances mécaniques des pièces. C'est notamment dans ce contexte que s'inscrit le projet Interreg France-Wallonie-Vlaanderen **FabricAr3v** (2019-2022), dont l'objectif était de développer un procédé de fabrication additive métallique de type MEAM, avec un investissement initial inférieur à 30 000 €. L'imprimante 3D mise au point est une

machine à changement d'outils, équipée d'une tête d'extrusion pour granulés [1, 2]. L'utilisation de granulés se justifie par leur coût plus faible par rapport aux filaments et la simplicité de leur production, permettant l'accès à une plus grande diversité de matériaux. Cette technologie d'extrusion a été dénommée « MIM-like » dans ce projet afin de conserver son affiliation à la technologie MIM.

Cette thèse CIFRE, réalisée en collaboration avec Centrale Lille, le CRITT Matériaux Innovation, et le laboratoire LaMcube, s'est initiée dans le cadre de ce projet, avec comme objectif principal de développer une stratégie de frittage économique, adaptable à un four de laboratoire. Pour mener à bien cette étude, l'acier inoxydable 316L a été choisi comme matériau de référence pour plusieurs raisons. Tout d'abord, il s'agit d'un alliage très utilisé dans de nombreuses applications industrielles. Ensuite, cet alliage est déjà disponible sous forme de feedstock pour le procédé MIM conventionnel, ce qui permet de l'adapter facilement aux procédés de fabrication additive MIM-like. En outre, l'acier inoxydable 316L présente un rapport qualité/prix avantageux, en particulier par rapport à des matériaux comme le titane ou ses alliages, tout en offrant d'excellentes propriétés mécaniques et une bonne résistance à la corrosion. Enfin, l'état de l'art concernant cet acier est bien documenté, tant en fabrication additive qu'en procédés conventionnels, ce qui permet de comparer les résultats à ceux obtenus dans la littérature.

Dans l'industrie, le frittage de l'acier inoxydable 316L est généralement réalisé sous atmosphère réductrice d'hydrogène, permettant d'éviter l'oxydation des pièces à haute température. Toutefois, il s'agit d'un gaz hautement inflammable nécessitant des installations spécifiques onéreuses pour gérer les risques de fuite et d'explosion. Afin de répondre aux exigences de sécurité et de coût, cette thèse explore donc plusieurs alternatives à l'hydrogène : l'argon, l'azote, un mélange d'azote et d'hydrogène (90% / 10%) ou encore le vide primaire. En outre, différents cycles thermiques et disposition des échantillons sont étudiés. L'objectif est de déterminer l'influence des conditions de frittage sur les propriétés mécaniques des pièces produites, en lien avec les microstructures. Ces expérimentations permettront également d'évaluer les performances du procédé développé dans le cadre de FabricAr3v, encore peu étudié dans la littérature pour les granulés.

En parallèle, une autre dimension essentielle de cette thèse est l'optimisation des pièces structurales. Les recherches sur la fabrication additive métallique, en particulier dans les technologies MEAM, se concentrent principalement sur le développement de matériaux d'alimentation (feedstock) et l'optimisation des paramètres de fabrication pour maîtriser les propriétés des pièces denses. Cependant, la création de structures en treillis, essentielles pour alléger les pièces tout en conservant leurs performances mécaniques, demeure un défi difficilement relevable avec les procédés conventionnels comme le MIM ou la fabrication soustractive. Alléger les pièces présente un intérêt majeur non seulement d'un point de vue économique, en réduisant la quantité de matériau nécessaire et les coûts de production, mais surtout en contribuant au développement durable, en diminuant la consommation d'énergie et les émissions de gaz à effet de serre. Dans des secteurs tels que l'aéronautique et

l'automobile, une réduction de masse se traduit directement par une moindre consommation de carburant, favorisant ainsi une amélioration de l'efficacité énergétique et une empreinte environnementale réduite.

Afin d'alléger les pièces, une partie de la communauté scientifique privilégie la reconception complète des pièces à l'aide d'approches telles que l'optimisation topologique, nécessitant de repartir d'une page blanche. À l'inverse, l'approche adoptée dans ce travail consiste à conserver les conceptions initiales tout en intégrant des structures en treillis à l'intérieur des pièces. Cela permet de capitaliser sur l'existant, notamment en prenant en compte la vaste banque de pièces déjà utilisées dans l'industrie ou au sein de la communauté des makers, où les bureaux d'études capables de concevoir des pièces optimisées ne sont pas toujours disponibles. Cette approche présente donc un intérêt particulier pour des structures qui ne peuvent pas bénéficier d'une reconception complète.

Dans cette thèse, différents paramètres structuraux sont étudiés, tels que la densité de remplissage et le nombre de parois. Une question centrale est de savoir s'il vaut mieux privilégier une forte densité de remplissage avec des parois fines, ou une densité plus faible avec des parois épaisses, pour une même masse et encombrement. Le comportement mécanique des pièces a été analysé par des essais de flexion, permettant d'étudier simultanément les phénomènes de compression et de traction au sein d'un même échantillon. Ces essais ont été complétés par un suivi en corrélation d'images numériques, offrant une évaluation plus précise du comportement mécanique et des déformations locales. L'objectif est ainsi de fournir des lignes directrices pour le dimensionnement et l'optimisation de pièces structurelles imprimées.

Ce manuscrit se structure autour de quatre chapitres principaux. Le premier présente un état de l'art détaillé sur l'acier inoxydable 316L, en abordant sa microstructure, les procédés de mise en forme, notamment ceux impliquant le frittage, ainsi que ses propriétés mécaniques. Le deuxième chapitre explore l'influence des conditions de frittage sur la composition chimique et la microstructure des échantillons. Le troisième chapitre analyse l'impact de ces mêmes conditions sur la densité et les propriétés mécaniques en traction, tout en abordant brièvement la résistance à la corrosion grâce à des essais au brouillard salin. Enfin, le dernier chapitre aborde l'influence des paramètres d'impression, densité de remplissage et nombre de parois, sur les performances mécaniques en flexion de structures allégées.

Table des matières

Remerciements	2
Introduction générale	4
Table des matières	7
Table des figures	13
Table des tableaux	22
Acronymes	24
Chapitre 1 : État de l’art général	26
I. Acier inoxydable 316L	26
I.1. Aspects métallurgiques fondamentaux sur les aciers	26
I.2. Généralités sur les aciers inoxydables	27
I.3. Focus sur l’acier inoxydable 316L	28
I.3.1. Domaines d’application	29
I.3.2. Rôles des éléments d’alliage	30
I.3.3. Phases et constituants.....	30
I.3.4. Traitements thermiques	37
II. Procédés de mise en forme de l’acier inoxydable 316L.....	38
II.1. Procédés conventionnels	38
II.1.1. Métallurgie traditionnelle	38
II.1.2. Métallurgie des poudres.....	39
II.2. Fabrication additive.....	41
II.2.1. Généralités sur la fabrication additive	41
II.2.2. Fabrication additive métallique directe.....	42
II.2.3. Fabrication additive métallique indirecte	44
III. Déliantage et frittage	48
III.1. Déliantage	48
III.2. Frittage.....	50
III.2.1. Principe.....	50
III.2.2. Retrait	51

IV. Propriétés de l'acier inoxydable 316L.....	52
IV.1. Densité	52
IV.2. Propriétés en traction	53
IV.2.1. Résistance mécanique et ductilité.....	53
IV.2.2. Rigidité	56
IV.2.3. Limite d'élasticité.....	56
IV.3. Dureté.....	57
IV.4. Résistance à la corrosion.....	57
V. Aspect économique.....	58
VI. Synthèse.....	59
Chapitre 2 : Influence des paramètres du procédé à l'échelle de la microstructure	61
I. État de l'art	61
I.1. Influence des conditions de frittage sur les taux de carbone et d'azote	61
I.2. Influence des conditions de frittage sur les constituants et les phases	63
I.3. Influence des conditions de frittage sur la morphologie et la taille des grains.....	65
I.4. Conclusion.....	66
II. Matériau et procédé.....	66
II.1. Matériau	66
II.2. Mise en forme	67
II.2.1. Choix des éprouvettes.....	67
II.2.2. Injection	68
II.2.3. Impression	68
II.3. Déliantage et frittage.....	71
II.3.1. Déliantage chimique	71
II.3.2. Déliantage thermique et frittage	71
III. Influence des conditions de frittage sur la composition chimique	78
III.1. Méthode d'analyse.....	78
III.2. Influence de l'atmosphère et du confinement sur les taux de carbone, d'azote et d'oxygène	78

III.3. Influence du procédé de mise en forme sur les taux de carbone et d'azote en environnement confiné	81
IV. Influence des conditions de frittage et post-traitements sur les phases et les constituants.....	82
IV.1. Méthodes d'analyse.....	82
IV.2. Influence de l'atmosphère de frittage sur les microstructures.....	83
IV.2.1. Phases et constituants à cœur.....	83
IV.2.2. Phases et constituants en surface	85
IV.3. Influence du confinement et du procédé de mise en forme sur les microstructures	87
IV.3.1. Phases et constituants dans un environnement confiné	87
IV.3.2. Examen du constituant lamellaire.....	88
IV.3.3. Influence du procédé de mise en forme sur les microstructures en environnement confiné	92
IV.4. Influence des conditions de frittage sur la taille et morphologie des grains	94
IV.4.1. Méthode.....	94
IV.4.2. Résultat	94
IV.4.3. Discussion.....	96
IV.5. Influence du cycle thermique sur les microstructures.....	97
IV.5.1. Influence du temps et de la température	97
IV.5.2. Influence de la vitesse de refroidissement	101
IV.6. Optimisation des microstructures et de la composition chimique.....	102
IV.6.1. Optimisation en faisant varier le débit de gaz.....	102
IV.6.2. Optimisation via un palier de vide après déliantage thermique.....	103
IV.6.3. Optimisation via découplage du déliantage thermique et du frittage	105
IV.6.4. Optimisation via un palier d'austénitisation	106
IV.6.5. Optimisation via une hypertrempe.....	106
V. Influence des microstructures sur la micro-dureté.....	108
V.1. Méthode.....	108
V.2. Résultats	109
VI. Synthèse.....	111
Chapitre 3 : Influence des paramètres du procédé à l'échelle de la macrostructure	112

I. État de l'art	112
I.1. Influence des conditions de frittage sur la densité.....	112
I.1.1. Types de porosités	112
I.1.2. Influence de l'atmosphère de frittage.....	113
I.1.3. Influence du temps et de la température	114
I.2. Influence des conditions de frittage sur les propriétés mécaniques.....	115
I.2.1. Influence de l'atmosphères de frittage	115
I.2.2. Influence du cycle thermique	117
I.3. Influence des conditions de frittage sur la résistance à la corrosion	118
II. Matériau et procédés	119
III. Influence des conditions de frittage sur la densité et taux de porosité	120
III.1. Méthode	120
III.1.1. Densité.....	120
III.1.2. Répartition de la porosité	121
III.2. Influence du confinement	121
III.3. Influence de l'atmosphère de frittage et du procédé en environnement confiné	122
III.4. Influence du temps et de la température	124
IV. Influence des conditions de frittage et du procédé sur les propriétés mécaniques	125
IV.1. Influence des conditions de frittage sur la macro-dureté	125
IV.2. Influence des conditions de frittage sur les propriétés mécaniques en traction	126
IV.2.1. Méthode.....	127
IV.2.2. Influence de l'atmosphère de frittage en environnement confiné.....	130
IV.3. Influence du procédé.....	138
IV.3.1. Propriétés mécaniques	138
IV.3.2. Endommagement	141
IV.4. Influence de la perlite azotée	141
IV.5. Influence du cycle thermique.....	143
V. Influence des conditions de frittage sur la résistance à la corrosion.....	144
V.1. Méthode.....	144

V.2. Influence de l’atmosphère de frittage	146
V.3. Influence du cycle thermique	148
V.4. Influence du procédé	149
VI. Synthèse.....	150
Chapitre 4 : Influence des paramètres du procédé à l’échelle de la structure	152
I. État de l’art	152
I.1. Caractérisation de structures treillis par analyse expérimentale.....	153
I.1.1. Polymère	153
I.1.2. Métal	153
I.2. Étude de structures par corrélation d’images numériques.....	157
II. Concepts de mécanique et principe de la corrélation d’images numériques	158
II.1. Principes de mécanique.....	158
II.1.1. Lois générales	158
II.1.2. Principes de la flexion	160
II.2. Principe de la corrélation d’images numériques	163
II.2.1. Principe général de la corrélation d’images numériques	164
II.2.2. Principe de la méthode DISFlow	165
II.2.3. Grandeurs étudiées grâce à la corrélation d’images numériques.....	167
III. Méthodologie	167
III.1. Choix des paramètres structuraux.....	167
III.1.1. Motif.....	168
III.1.2. Densité de remplissage.....	168
III.1.3. Nombre de parois	169
III.2. Équipement.....	169
III.3. Paramètres d’impression et de frittage.....	170
III.3.1. Dimension des échantillons.....	170
III.3.2. Impression	170
III.3.3. Frittage	170
III.4. Échantillons étudiés	171

III.5. Protocole	172
III.5.1. Protocole d'essai.....	172
III.5.2. Estimation des moments quadratiques pour les structures en treillis	173
III.5.3. Evaluation des propriétés mécaniques dans la partie élastique	176
IV. Moments quadratiques	177
IV.1. Moments quadratiques en fonction de la position dans la poutre	177
IV.1.1. Densité de remplissage	177
IV.1.2. Nombre de parois.....	178
IV.2. Valeurs des moments quadratiques	179
V. Essais de flexion : comportement global	180
V.1. Courbes force-déplacement.....	180
V.1.1. Densité de remplissage.....	180
V.1.2. Nombre de parois.....	184
V.1.3. Comparaison entre densité de remplissage et épaisseur des parois	185
V.2. Évaluation des propriétés matériaux via le moment quadratique moyen.....	187
VI. Essais de flexion : interprétations locales	188
VI.1. Lien entre les moments quadratiques et la rupture	188
VI.2. Champs cinématiques.....	190
VI.2.1. Déformations.....	190
VI.2.2. Contraintes de Von Mises.....	196
VII. Synthèse.....	197
Conclusion générale et perspectives.....	200
Annexes	204
Annexe 1 : Mécanismes d'initiation de la perlite azotée	204
Annexe 2 : Protocole appliqué pour évaluer le taux de ferrite.....	206
Annexe 3 : Difficultés rencontrées dans les essais de traction.....	207
Annexe 4 : Paramètres utilisés pour la corrélation d'images numériques	210
Annexe 5 : Résultats de la corrélation pour les poutres R62.5 et R50-3P	213
Références	215

Table des figures

Figure 1 : Diagramme de phases fer-carbone [3]	26
Figure 2 : (a) Appauvrissement local en chrome [7] (b) Corrosion intergranulaire [8].....	28
Figure 3 : Domaines d'application de l'AISI 316L [12].....	30
Figure 4 : Diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni mettant en évidence le diagramme pseudo-binaire Cr-Ni pour 70 % de Fe [26].....	31
Figure 5 : Diagramme de Schaeffler [8].....	32
Figure 6 : Diagramme TTT de l'AISI 316L, recuit de mise en solution pendant 1,5 h à 1090°C (traits pointillés) ou 1260°C (traits pleins) et trempé à l'eau avant vieillissement. [27].....	32
Figure 7 : (a) Coupes du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr à 1100°C [32] (b) Ferrite aux joints de grains [33]	33
Figure 8 : (a) Mécanisme de formation de la phase sigma [38] (b) Phase sigma présente dans la ferrite [42]	34
Figure 9 : Exemple de précipitation de carbures aux joints de grains [44]	35
Figure 10 : Coupes isothermes du système Fe-Cr-Ni-Mo avec une teneur en fer constante de 70% (massique) à 816°C [41].....	35
Figure 11 : Exemple de formation de phase χ dans un acier duplex (la ferrite apparaît en marron foncé et l'austénite en blanc) [46]	36
Figure 12 : Procédé MIM [52].....	40
Figure 13 : Schéma d'une presse à injecter [55]	41
Figure 14 : Chaîne de l'impression 3D [57].....	42
Figure 15 : Principe du L-PBF [60].....	43
Figure 16 : Exemples de différentes technologies DED (a) LENS [62] (b) EBAM® [63].....	43
Figure 17 : Principe du BJ [66]	44
Figure 18 : Classification des technologies d'extrusion [68]	45
Figure 19 : Schéma d'extrusion à vis (à gauche) [83] ; Exemple de vis sans fin (à droite)	47
Figure 20 : Principe du déliantage chimique [85]	49
Figure 21 : Exemple de bulles en surface (à gauche) ; Exemple de déformation et de gonflement (à droite) [87].....	49
Figure 22 : Formation des cous de frittage.....	50
Figure 23 : Transport de matière par diffusion	50
Figure 24 : Différentes étapes du frittage [78]	51
Figure 25 : Evolution de poudres d'acier inoxydable 316L lors du frittage [90]	51
Figure 26 : Illustration du retrait (à gauche, pièce verte ; à droite, pièce frittée)	52
Figure 27 : Résistance mécanique en fonction de l'allongement à rupture.....	55

Figure 28 : Carte de la résistance mécanique en fonction de l'allongement à la rupture de l'AISI 316L fabriqué par le procédé MEAM avec différentes conditions par rapport à la norme 35 du MPIF pour les matériaux MIM. Le chiffre souligné représente la température de frittage (°C) et le chiffre en italique représente le temps de frittage (h). F, O et V représentent les orientations d'impression à plat, sur le bord et verticale, respectivement, et le chiffre en gras représente la densité frittée relative (%). ##% ID est la densité de remplissage. DM signifie que le système utilisé est celui de Desktop Metal. Données issues de [73, 75, 77, 78, 94, 97, 99, 108, 124, 126–131].....	56
Figure 29 : Concentrations massiques en carbone et azote en fonction de l'atmosphère de frittage dans l'étude de Li et al. [148].....	62
Figure 30: Concentrations massiques en carbone et azote en fonction de l'atmosphère de frittage et du four utilisé dans l'étude de Krug et al. [149].....	63
Figure 31 : (a) Granulés d'AISI 316L (b) Vue au microscope optique à balayage (MEB) du feedstock	67
Figure 32 : (a) Eprouvettes de traction MIM (non normalisées) (b) Dimensions des éprouvettes (en mm) utilisées dans ce travail de thèse, avec une épaisseur de 4mm	68
Figure 33 : Presse à injecter	68
Figure 34 : ToolChanger de chez E3D	69
Figure 35 : Vue éclatée d'une partie de la tête d'impression granulés (En violet, pièces issues de la tête V3 Mahor.XYZ ; En bleu, pièce développée par V. Martin).....	69
Figure 36 : Schéma de la tête d'impression (En violet, pièces issues de la tête V3, Mahor.XYZ ; En orange, pièce fournie par E3D ; En bleu, pièces développées et/ou ajoutées par V. Martin)	70
Figure 37 : (a) Orientation +45°/45° (b) Orientation 0°/90° [159].....	70
Figure 38 : Exemple de pièce verte	71
Figure 39 : Four industriel de chez Elnik vu de l'extérieur.....	72
Figure 40 (a) : Four industriel de chez Elnik vu de l'intérieur	72
Figure 41 : (a) Four tubulaire Pyrox (b) Four tubulaire Sager	73
Figure 42 : Schéma des fours tubulaires (* Uniquement sur four Pyrox ; **Uniquement sur four Sager)	73
Figure 43 : (a) Exemple d'échantillons après frittage sous argon ou azote (b) Filaments vus au MEB	74
Figure 44 : Analyses DRX sur les filaments verts et sur la couche noire.....	75
Figure 45 : (a) Vue éclatée du dispositif de confinement (b) Bulles à la surface d'une pièce MIM (à gauche) et imprimée (à droite)	76
Figure 46 : Cycles thermiques utilisés.....	76
Figure 47 : Températures mesurées par les thermocouples (TC) en comparaison avec la consigne.....	77
Figure 48 : Concentration massique de carbone en fonction des différentes conditions de frittage	79
Figure 49 : Concentration massique d'azote en fonction des différentes conditions de frittage	80
Figure 50 : Analyses DRX sur échantillons frittés en condition NC-3 (I3D = Impression 3D).....	80

Figure 51 : Concentration massique d'oxygène en fonction des différentes conditions de frittage	81
Figure 52 : Répartition de la porosité en fonction du procédé de mise en forme (I3D à gauche et MIM à droite) pour des éprouvettes frittées avec la condition C-1 sous RH5	81
Figure 53 : Taux de carbone et d'azote en fonction du procédé et des atmosphères de frittage en environnement confiné (C-1)	82
Figure 54 : Micrographies après attaque électrolytique à la soude d'un échantillon I3D fritté sous hydrogène (F = Ferrite ; σ = Phase sigma).....	83
Figure 55 : Micrographies après attaque électrolytique à la soude des échantillons I3D frittés avec la condition NC – 3 (F = Ferrite ; σ = Phase sigma)	84
Figure 56 : Diagramme de Delong	85
Figure 57 : Phase sigma dans de la ferrite.....	85
Figure 58 : Ferrite à la surface d'un échantillon I3D fritté sous hydrogène.....	86
Figure 59 : Constituant lamellaire en surface pour un échantillon imprimé et fritté sous RH5 en condition NC-3	86
Figure 60 : Couche d'oxyde présente en surface des échantillons imprimés et frittés sous argon ou azote	87
Figure 61 : Constituant lamellaire à cœur (a) vu au microscope numérique (b) vu au MEB ; pour des échantillons imprimés et frittés en condition C-1 sous azote ou RH5.....	87
Figure 62 : Répartition du constituant lamellaire pour des échantillons imprimés et frittés en condition C-1 sous azote ou RH5	88
Figure 63 : Micro-DRX sur échantillon imprimé et fritté sous RH5 en condition C-1 contenant le constituant lamellaire	89
Figure 64 : Précipitations continue (CP) et discontinue (DP) de Cr_2N vues au MEB [175].....	90
Figure 65 : (a) Représentation schématique de la précipitation discontinue, où γ_0 indique l'austénite sursaturée et γ correspond à l'austénite appauvrie en solutés (b) Exemple de front de précipitation de Cr_2N vu au MEB [175].....	90
Figure 66 : Perlite azotée sur des échantillons MIM en surface (Carrés rose et bleu = présence de perlite azotée ; carré jaune = absence de perlite ; les taches noires sont des porosités et les brunes sont des artefacts).....	93
Figure 67 : Micrographie d'un échantillons imprimé et fritté sous hydrogène en condition industrielle	94
Figure 68 : Micrographies d'échantillons imprimés et frittés en condition C-1 sous différentes atmosphères	95
Figure 69 : Diamètres moyens d'échantillons imprimés et frittés en conditions C-1 sous différentes atmosphères (diagrammes moustaches)	95
Figure 70 : Micrographies après attaque électrolytique à la soude d'échantillons imprimés et frittés sous vide en fonction du temps et de la température de frittage.....	98

Figure 71 : Aire moyenne globale occupée par de la ferrite (et phase sigma) et taille moyenne des particules en fonction de la température et du temps de frittage pour un frittage sous vide	98
Figure 72 : Micrographies révélant la taille des grains en fonction du temps et de la température de frittage pour un frittage sous vide.....	100
Figure 73 : Répartition des diamètres moyens des grains d'austénite.....	101
Figure 74 : Ferrite pour un refroidissement rapide (Echantillon I) et lent (Echantillon L)	102
Figure 75 : Illustration du cycle thermique avec un palier de vide	103
Figure 76 : Comparaison du taux de carbone massique pour des échantillons imprimés frittés avec ou sans palier de vide avec la condition C-1	104
Figure 77 : Perlite azotée en surface pour des échantillons imprimés et frittés avec palier de vide. La perlite azotée apparaît plus foncée, les particules noires étant des porosités. Le front est délimité par la ligne rouge.....	104
Figure 78 : Cycles thermiques pour le découplage du déliantage thermique (a) et du frittage (b).....	105
Figure 79 : Microstructure avec et sans palier d'austénitisation après attaque électrolytique à la soude	106
Figure 80 : Microstructure obtenue après hypertrempe sur un échantillon fritté avec la condition C-3 (1360°C – 2h).....	107
Figure 81 : Microstructure obtenue après hypertrempe sur un échantillon fritté sous vide (1380°C – 4h)	108
Figure 82 : Exemple d'indentations dans l'austénite et la perlite azotée	109
Figure 83 : Dureté en fonction des microstructures et des atmosphères de frittage mesurée en nano-indentation.....	109
Figure 84 : Phase sigma dans un grain de ferrite vue au MEB après attaque électrolytique à la soude	110
Figure 85 : Illustration des porosités entre les cordons [189].....	113
Figure 86 : Illustration du manque de matière entre les couches dans une pièce verte (a) et leur devenir après frittage (b) et (c). Le schéma illustre également le retrait anisotropique à cause des porosités orientées. [73, 126].....	113
Figure 87 : (a) Effet de la température de frittage sous vide sur la densité relative (b)-(e) Images au microscope optique d'échantillons en AISI 316L fabriqué par BJ et frittés à 1340°C, 1360°C, 1380°C et 1400°C, issues de Mao et al. [123].....	115
Figure 88 : Dimensions en mm des éprouvettes de traction MIM et I3D, avec une épaisseur de 4 mm	120
Figure 89 : Stratégie d'impression avec 2 parois et un remplissage +/- 45°	120
Figure 90 : Exemple de coupe	121
Figure 91 : Densités en fonction de l'atmosphère et de la condition de frittage	121
Figure 92 : Comparaison de la porosité entre C-1 et NC-3 pour le frittage sous Argon	122

Figure 93 : Densités en fonction de l'atmosphère de frittage et du procédé en environnement confiné	123
Figure 94 : Exemples de répartition de la porosité différente pour MIM (à gauche) et I3D (à droite)	124
Figure 95 : Densités en fonction du temps et de la température de frittage (sous vide).....	124
Figure 96 : Exemple d'indentation Vickers	126
Figure 97 : Dureté Vickers en fonction des atmosphères de frittage	126
Figure 98 : Exemples de courbe de traction conventionnelle.....	127
Figure 99 : (a) Dispositif expérimental de traction [1] (b) Extensomètre collé sur l'éprouvette	128
Figure 100 : Longueur utile des éprouvettes	128
Figure 101 : Exemple de retrait de cycle.....	129
Figure 102 : Défauts d'injection visibles après essais de traction, en radiographie (a) ou vus à l'œil nu (b)	130
Figure 103 : Exemples de courbes de traction en fonction des atmosphères de frittage.....	131
Figure 104 : Modules de Young en fonction de la densité	132
Figure 105 : Etude des modules de Young mesurés à la décharge, en fonction de la contrainte et des atmosphères de frittage pour des éprouvettes imprimées. Les traits rouges représentent les Rp0,2 moyens.	133
Figure 106 : Relation entre le taux d'azote et la limite d'élasticité pour les différentes atmosphères de frittage en condition C-1.....	134
Figure 107 : Résistance mécanique en fonction de l'allongement à rupture et de l'atmosphère de frittage. Le carré bleu représente les valeurs minimales données dans la norme ASTM B883-10.....	135
Figure 108 : Exemples de faciès de rupture vus au MEB à différents grossissement	136
Figure 109 : Exemples d'inclusions et leur analyse par EDS (pourcentages massiques). Les nombres en bleu sont des points de références et ceux en jaune ciblent des inclusions.	137
Figure 110 : Comparaison des courbes de traction entre les procédés MIM et MIM-like pour des éprouvettes frittées sous (a) hydrogène, (b) vide et (c) et argon	139
Figure 111 : Comparaison des courbes de traction entre les procédés MIM et MIM-like pour des éprouvettes frittées sous azote et RH5.....	140
Figure 112 : Etude des modules de Young en fonction de la contrainte pour des éprouvettes MIM frittées sous vide et RH5. Le trait rouge vertical représente les Rp0,2 moyens.	141
Figure 113 : Exemples de courbes de traction pour des éprouvettes frittées sous RH5 avec la condition C-1 et la condition NC-3	142
Figure 114 : Exemple de courbes de traction en fonction du temps et de la température de frittage ..	143
Figure 115 : Exemples d'échantillons placés dans le brouillard salin.....	145
Figure 116 : Schéma illustrant le principe sur brouillard salin [208]	145
Figure 117 : Evolution de la rouille rouge sur les éprouvettes frittées sous RH5 en condition C-1 ...	146
Figure 118 : Evolution de la rouille rouge sur les éprouvettes frittées sous argon en condition C-1 .	146

Figure 119 : Echantillons frittés sous vide au bout de 390h de brouillard salin.....	147
Figure 120 : Différence dans l'aspect de surface entre le frittage sous hydrogène (a-b) et sous vide (c) après frittage. Les éprouvettes (a) et (c) sont imprimées et la (b) est injectée.	147
Figure 121 : Courbes issues d'une analyse en GDEOS sur une éprouvette frittée sous vide.....	148
Figure 122 : Evolution de la rouille rouge entre 144h et 390h de brouillard salin pour des éprouvettes frittées avec la méthode de découplage déliantage/frittage et un palier d'austénitisation	149
Figure 123 : Illustration schématique des paramètres d'impression 3D : (a) densité de remplissage, motif de remplissage, périmètres et orientation de la trame, et (b) différentes orientations de construction, hauteur de couche et diamètre de buse [209]	153
Figure 124 : Exemples de cellules unitaires utilisées en FAM dans les structures en treillis [222]	154
Figure 125 : Courbes schématiques de contrainte et de déformation en compression d'une structure en treillis dominée par la flexion et d'une structure en treillis dominée par l'étirement [224]	155
Figure 126 : (a) Échantillons frittés avec et sans couvercle et différents taux de remplissage (a1) 25 % (a2) 50 % ; (b) Contrainte de flexion maximale et module de flexion en fonction de la masse de l'échantillon pour les échantillons de cuivre avec et sans couvercle ; dans l'étude de Gonzalez-Gutierrez et al. [226]	156
Figure 127 : Conception de structures à réseau en plaques comprenant (a) BCC, (b) FCC, (c) BCC-FCC, et (d) vue latérale de BCC-FCC ; Courbes charge-déplacement des treillis de plaques soumis à un essai de compression et morphologies des ruptures de chaque modèle de treillis [230]	157
Figure 128 : Distribution des déformations dans une poutre pleine en 17-4 PH produite par FFFm [238]	157
Figure 129 : Structure sandwich en Ti-6Al-4V déformée à un déplacement de 650 μm (a) et avec une rupture locale de la poutrelle à 3100 μm (b). En (c), les déformations mesurées par CIN sont superposées à l'image en (a) [239].....	158
Figure 130 : Représentation des contraintes dans les trois dimensions [241]	159
Figure 131 : Schéma d'un essai de flexion 3 points [248]	160
Figure 132 : Illustration de l'hypothèse de Euler-Bernouilli selon laquelle les sections planes restent planes [250]	160
Figure 133 : Illustration du théorème de Steiner en mesurant I_{total} par rapport à l'axe neutre.....	162
Figure 134 : Distribution de la déformation et de la contrainte (a) Pour un matériau parfaitement plastique (image : wikimedia) (b) Pour un matériau avec un écrouissage ($NL = \text{Fibre neutre}$) [254]	163
Figure 135 : Illustration du principe de la CIN [255].....	164
Figure 136 : Schéma du suivi et de la mise en correspondance de la sous-image dans la méthode CIN [258]	165
Figure 137 : Principe de la CIN basée sur les sous-ensembles. (a) Images avant et après déformation ; (b) sous-ensembles choisis respectivement à partir des images de référence et des images déformées ;	

(c) distribution du coefficient de corrélation ; (d) vecteur de déplacement du point intéressant ; (e) champ de déplacement. [263]	166
Figure 138 : Motifs bidimensionnels disponibles dans le logiciel Ultimaker Cura	168
Figure 139 : Exemple de déformation pour une poutre remplie à 25%.....	168
Figure 140 : Mur et paroi	169
Figure 141 : Appareillage utilisé pour la flexion trois points.....	169
Figure 142 : Dimensions des poutres vertes (exemple d'une poutre R75).....	170
Figure 143 : Cycle thermique utilisé pour le déliantage et frittage des poutres	171
Figure 144 : Exemples de poutres de flexion après frittage (a) Avec différents taux de remplissage (b) Avec différents nombres de parois	171
Figure 145 : Schéma du dispositif expérimental de flexion.....	173
Figure 146 : Exemples de coupes pour une poutre avec remplissage à 50% de type « grille » (a) Dans un croisement (b) Hors croisement ; (c) Hauteur L_i et distance par rapport à la fibre neutre d_i du rectangle i	174
Figure 147 : Mesure des épaisseurs des poutres secondaires (L_i) et de la position des poutres par rapport à la fibre neutre (d_i).....	175
Figure 148 : Moments quadratiques et sections en fonction de la position x dans les poutres de différents remplissages	177
Figure 149 : Moments quadratiques et sections en fonction de la position x dans les poutres de remplissage 50% avec différents nombres de parois.....	179
Figure 150 : Moments quadratiques moyens.....	180
Figure 151 : Courbes Force-déplacement pour les poutres (a) R50, (b) R62.5 et (c) R75 ; Agrandissement au niveau des cycles pour les poutres (d) R50, (e) R62.5 et (f) R75	182
Figure 152 : Exemple de pentes (R50 – Echantillon 1), en orange sur l'enveloppe et en vert sur une charge	183
Figure 153 : (a) Illustration de la fin de course des supports inférieurs (b) Poutre prenant appui sur les bords de l'appareillage de flexion	183
Figure 154 : Courbes Force-déplacement pour les poutres (a) R50 ; (b) R50-3P ; (c) R50-5P ; Agrandissement au niveau des cycles pour les poutres (d) R50, (e) R50 – 3P et (f) R50 – 5P.....	184
Figure 155 : Comparaison des courbes force-déplacement.....	185
Figure 156 : Apparence des échantillons après essai pour les poutres R75 (à gauche) et R50-5P (à droite)	186
Figure 157 : Raideurs calculés à la décharge sur chaque cycle pour tous les type de poutre.....	186
Figure 158 : Raideur prise sur les décharges à 3000N en fonction des moments quadratiques moyens	187
Figure 159 : Modules élastiques et limites élastiques à 0,2% mesurés grâce au moment quadratique moyen.....	188

Figure 160 : Lien entre l'apparition de la première fissure (indiquée par une flèche rouge sur les images) et le moment quadratique correspondant, pour les poutres (a) R50 (b) R62.5 (c) R75	189
Figure 161 : Résultats de la CIN pour une poutre R50 avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)	191
Figure 162 : Résultats de la CIN pour une poutre R75 avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)	192
Figure 163 : Résultats de la CIN pour une poutre R50-5P avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)	193
Figure 164 : Agrandissement des déformations E_{xx} pour la poutre (a) R50 et (b) R50-5P dans la partie plastique	194
Figure 165 : Le mode 1 représente un cas de flexion pure, tandis que les modes 2 à 5 illustrent diverses distributions observées lors d'essais combinés de flexion et d'étirement. Ces modes sont classés en fonction de la position de la fibre neutre, mettant en lumière les différentes réponses mécaniques du profilé sous des charges variées.	195
Figure 166 : Schématisation de la distribution des déformations pour les poutres avec une seule paroi	195
Figure 167 : Contraintes de Von Mises pour les poutres R50, R75 et R50-5P.....	197
Figure 168 : Mécanisme d'amorçage de la précipitation discontinue selon Tu et Turnbull [265].....	204
Figure 169 : Mécanisme d'amorçage de la précipitation discontinue selon Fournelle et Clark [175].	205
Figure 170 : Protocole pour compter les grains de ferrite	206
Figure 171 : Impact des défauts d'injection sur (a) la résistance à la rupture et (b) l'allongement à la rupture. Points verts : éprouvettes saines ; points rouges : éprouvettes présentant des défauts d'injection	207
Figure 172 : Eprouvette comprimée à cause d'un problème électronique	208
Figure 173 : Différences dans les modules de Young entre les éprouvettes frittées dans le creuset industriel et le creuset imprimé	209
Figure 174 : Résultats de la CIN pour une poutre R62.5 avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)	213

Figure 175 : Résultats de la CIN pour une poutre **R50-3P** avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b) 214

Table des tableaux

Tableau 1 : Familles d’aciers inoxydables [9].....	28
Tableau 2 : Différentes appellations de l’acier inoxydable 316L	29
Tableau 3 : Eléments d’alliage de l’AISI 316L [5].....	30
Tableau 4 : Propriétés mécaniques en fonction des procédés de fabrication.....	54
Tableau 5 : Comparaison qualitative des coûts de divers procédés de FAM [144, 145].....	59
Tableau 6 : Phases et constituants de l’AISI 316L de différents procédés indirects (A = Austénite, F = Ferrite) en fonction des conditions de frittage (NP = non précisé).....	64
Tableau 7 : Taille de grains en fonction de la température et de l’atmosphère dans la littérature	65
Tableau 8 : Composition chimique de l’acier inoxydable 316L de chez PolyMIM® (% massique)	67
Tableau 9 : Paramètres d’impression.....	71
Tableau 10 : Configurations de déliantage et frittage.....	77
Tableau 11 : Attaques chimiques et électrolytiques utilisées.....	83
Tableau 12 : Relation entre taux d’azote et de carbone et formation de perlite azotée	91
Tableau 13 : Diamètre moyen (μm) des grains d’austénite et écarts-types en fonction du temps et de la température.....	99
Tableau 14 : Paramètres pour la nano-indentation	109
Tableau 15 : Comparaison des duretés mesurées par nano-indentation	110
Tableau 16 : Propriétés en fonction de l’AISI 316L de différents procédés indirects en fonction des atmosphères de frittage.....	116
Tableau 17 : Propriétés en fonction de l’AISI 316L de différents procédés indirects en fonction du temps et/ou de la température de frittage.....	118
Tableau 18 : Nombre d’échantillons étudiés par propriété en fonction de l’atmosphère et du procédé	130
Tableau 19 : Module de Young en fonction de l’atmosphère et du procédé.....	132
Tableau 20 : Limite conventionnelle en fonction de l’atmosphère de frittage et de différents paramètres	134
Tableau 21 : Résistance mécanique et allongement à rupture en fonction des atmosphères de frittage	135
Tableau 22 : Comparaison des propriétés mécaniques entre les procédés MIM et MIM-like en fonction des atmosphères de frittage	138
Tableau 23 : Comparaison des propriétés mécaniques entre les conditions C-1 et NC-3 pour des éprouvettes frittés sous RH5.....	142
Tableau 24 : Propriétés mécaniques, densité et taille de grains en fonction du temps et de la température de frittage.....	143
Tableau 25 : Articles ayant étudié les paramètres structuraux en MEAM.....	155

Tableau 26 : Appellation pour les différentes configurations de poutre	169
Tableau 27 : Paramètres d'impression pour les poutres de flexion	170
Tableau 28 : Dimensions moyennes des éprouvettes après frittage (en mm).....	172
Tableau 29 : Masses moyennes et écart-type des éprouvettes de flexion après frittage (en g) et allègement par rapport à une pièce qui comprendrait un remplissage de 100%.....	172
Tableau 30 : Valeurs moyennes, minimales et maximales des moments quadratiques pour chaque type de poutre	180
Tableau 31 : Résumé des microstructures (A = Austénite, F = Ferrite, σ = Phase sigma, PA = Perlite Azotée) et classification des conditions de frittage de 1 : la valeur la plus haute à 4 : la valeur la plus basse pour une propriété donnée	201

Acronymes

Procédés de mise en forme

BJ : *Binder Jetting*, Jet de liant

DED : *Direct Energy Deposition*, Déposition à énergie dirigée

FAM : Fabrication Additive Métallique

FFF : *Fused Filament Fabrication*, Fabrication de Filament Fondu

FFFm : *Fused Filament Fabrication of metals*, Fabrication additive par dépôt de filament métallique fondu

HIP : *Hot Isostatic Pressing*, Pressage Isostatique à Chaud

I3D : Impression 3D

MEAM : *Metal Extrusion Additive Manufacturing*, Fabrication Additive par Extrusion de Métal ; dans ce travail, ce terme désigne la famille de procédés d'extrusion dédiée aux métaux

MIM : *Metal Injection Molding*, Moulage par Injection de Métal

MIM-like : Inspiré du MIM ; dans ce travail, désigne le procédé de fabrication additive métallique d'extrusion MEAM utilisant spécifiquement une vis d'extrusion

PBF (L-PBF et EB-PBF) : *Powder Bed Fusion* (L = *Laser* ; EB = *Electron Beam*), Fusion sur lit de poudre (L = Laser ; EB = Faisceau d'électrons)

PIM : *Powder Injection Molding*

Méthodes de mesures et d'analyses

ATG : Analyse thermogravimétrique

DRX : Diffraction des rayons X

EBS : *Electron Backscatter Diffraction*, Diffraction d'Électrons Rétrodiffusés

EDS : *Energy Dispersive Spectroscopy*, Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie

GDEOS : *Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy*, Spectroscopie d'Émission Optique par Décharge Luminescente

MEB : Microscope Electronique à Balayage

Chimie

ABS : Acrylonitrile Butadiène Styène

cc : cubique centré

cfc : cubique faces centrées

CP : *Continuous Precipitation*, Précipitation continue

DP : *Discontinuous Precipitation*, Précipitation discontinue

PLA : *Polylactic Acid*, Acide polylactique

TPU : *Thermoplastic Polyurethane*, Polyuréthane thermoplastique

TTT : Temps-Température-Transformation

Mathématiques

IQR : Intervalle interquartile

Informatique

CAO : Conception Assistée par Ordinateur

CIN : Corrélation d'Images Numériques

Crappy : *Command and Real-time Acquisition in Parallelized Python*

DIS : *Dense Inverse Search*

DISFlow : *Dense Inverse Search Flow*

OpenCV : *Open Source Computer Vision Library*

Lieu ou infrastructure

CEA : Commissariat à l'Énergie Atomique

CRITT : Centres Régionaux d'Innovation et de Transfert de Technologie

LaMcube : Laboratoire de Mécanique, Multiphysique, Multi-échelle

Chapitre 1 : État de l'art général

Ce premier chapitre vise à offrir une présentation détaillée du matériau étudié dans cette thèse, à savoir l'acier inoxydable 316L. Dans un premier temps, les aspects métallurgiques seront examinés, notamment les phases et constituants, ainsi que les domaines d'application. Ensuite, les procédés de mise en forme seront abordés, en mettant particulièrement l'accent sur les techniques de moulage par injection et d'impression 3D, notamment l'extrusion à vis, qui est le procédé utilisé dans ce travail de thèse.

I. Acier inoxydable 316L

I.1. Aspects métallurgiques fondamentaux sur les aciers

Les aciers sont des alliages métalliques constitués principalement de fer, auquel est ajouté du carbone, avec une teneur maximale de 2,1% en masse. La structure de l'acier est complexe et dépend de la teneur en carbone, comme le montre le diagramme de phases binaire fer-carbone sur lequel les teneurs sont massiques (Figure 1).

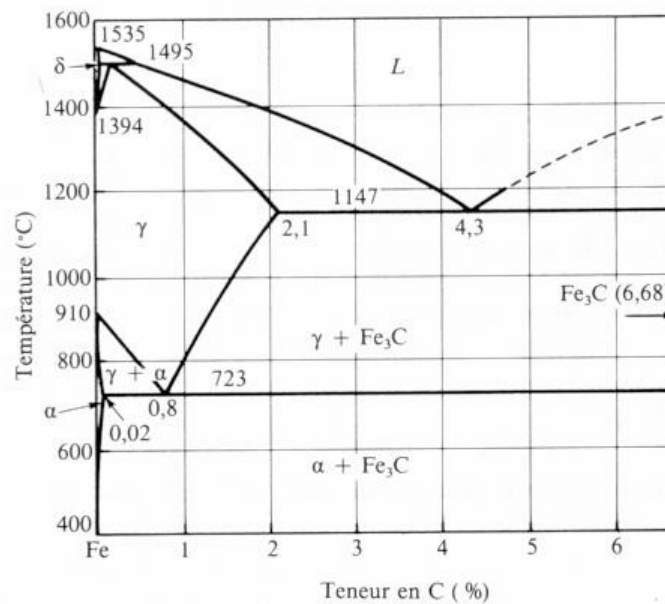


Figure 1 : Diagramme de phases fer-carbone [3]

Les principales phases de l'acier sont les suivantes [4] :

- **Austénite (γ)** : phase d'équilibre cristallisant dans une structure cubique à face centrée (cfc) et existant au-dessus de 723°C. Le diagramme de phases fer-carbone indique que la solubilité du carbone dans l'austénite peut atteindre jusqu'à 2,1% à 1147°C.
- **Ferrite (α ou δ)** : phases d'équilibre cristallisant dans une structure cubique centrée (cc) mais de paramètres de maille différents. La ferrite α existe en dessous de 910°C et la ferrite δ au-dessus de 1394°C. Le diagramme de phases fer-carbone indique que la solubilité du carbone dans ces deux phases est nettement moindre que dans l'austénite. Elle est au plus de 0,02% dans la ferrite α à 723°C.

- **Cémentite (θ ou Fe_3C)** : carbure de fer d'équilibre de formule Fe_3C qui cristallise dans un système orthorhombique. Il est composé de 93,3% de fer et de 6,7% de carbone.
- **Perlite** : constituant biphasé, composé de 89% de ferrite et 11% de cémentite en masse. Elle est le fruit d'une transformation eutectoïde¹ de l'austénite au cours d'un refroidissement lent et précipite généralement sous forme de lamelles.
- **Martensite (α')** : phase métastable avec une structure cristalline tétragonale centrée, de même composition que l'austénite initiale. Elle se forme lorsque la température de refroidissement est très élevée (supérieure à $80^\circ\text{C}/\text{min}$), ce qui ne laisse pas le temps aux atomes de carbone de diffuser pour former la perlite à partir de l'austénite.
- **Bainite** : agrégats formés de plaquettes de ferrite saturées en carbone et de cémentite. Cette phase se forme lorsque le refroidissement de l'acier se fait à une vitesse intermédiaire, trop rapide pour permettre la formation de perlite mais trop lent pour provoquer la formation de martensite.

A part les aciers dits « au carbone » qui sont constitués uniquement de fer et de carbone, les autres types d'acier contiennent d'autres éléments d'alliage. Certains éléments d'alliage sont **gammagènes**, ce qui signifie qu'ils stabilisent et élargissent la plage de température où l'austénite est stable. C'est le cas, par exemple, du carbone, du nickel, du manganèse, du cobalt, du cuivre et de l'azote. Au contraire, d'autres éléments, comme le chrome, le molybdène, le titane ou encore le vanadium, sont **alphagènes** et favorisent la formation de ferrite.

I.2. Généralités sur les aciers inoxydables

Les aciers dits « inoxydables » contiennent à minima 10,5% de chrome [5]. Ce dernier confère une résistance à la corrosion en favorisant la formation naturelle et continue d'une couche principalement composée d'oxyde de chrome Cr_2O_3 [6]. Cette couche, connue sous le nom de "**couche de passivation**" assure une protection à long terme contre la corrosion en cas d'exposition à l'humidité ou à l'eau. En cas de dommages, tels que des rayures, cette couche se régénère rapidement et spontanément.

Dans les aciers inoxydables, la teneur en carbone est limitée et rigoureusement contrôlée car ce dernier a tendance à se lier au chrome pour former des carbures, notamment aux joints de grains. Cela conduit à un appauvrissement local en chrome (Figure 2(a)), qui n'est ainsi plus disponible pour former la couche de passivation et rend la pièce sensible à la corrosion intergranulaire (Figure 2(b)).

¹ Une transformation eutectoïde est une transformation de phase qui se produit à une température constante, où une phase solide se décompose en deux nouvelles phases solides distinctes.

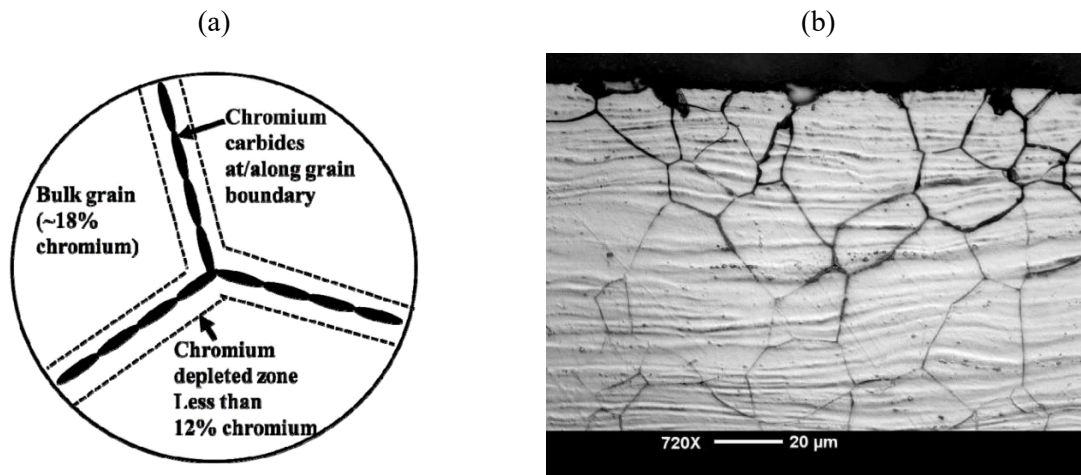


Figure 2 : (a) Appauvrissement local en chrome [7] (b) Corrosion intergranulaire [8]

Les principales familles d'aciers inoxydables sont données dans le Tableau 1. Parmi les différentes classes d'aciers inoxydables, les aciers martensitiques se distinguent par leur capacité à être durcis par traitement thermique ou thermomécaniques. Ils sont souvent utilisés dans des applications nécessitant une bonne résistance à l'usure et à la corrosion. Les aciers inoxydables ferritiques, eux, offrent une bonne résistance à la corrosion dans des environnements modérément agressifs, ainsi qu'une excellente résistance à la corrosion sous contrainte. Les aciers inoxydables austénitiques offrent une excellente résistance à la corrosion dans une large gamme d'environnements, ainsi qu'une bonne ductilité et une facilité de formage. Enfin, les aciers inoxydables duplex combinent à la fois les propriétés des aciers ferritiques et austénitiques. Leur structure biphasée leur confère une excellente résistance à la corrosion, à la fois sous contrainte et dans des environnements corrosifs.

Tableau 1 : Familles d'aciers inoxydables [9]

Famille d'acier	Carbone	Chrome	Nickel	Caractéristiques principales
Martensitique	> 0,1%	10,5 – 18%	-	Durs et coupants
Ferritique	< 0,1%	10,5 – 29%	-	Magnétiques
Austénitique	< 0,1%	16 – 18%	8 – 13%	Amagnétiques
Austeno-ferritique (duplex)	< 0,1%	20 – 25%	4 – 7%	Haute tenue à la corrosion

I.3. Focus sur l'acier inoxydable 316L

L'acier inoxydable 316L est un acier austénitique possédant plusieurs désignations, dépendant des normes et des états, comme le montre le Tableau 2, et sera appelé **AISI 316L** par la suite.

Tableau 2 : Différentes appellations de l'acier inoxydable 316L

Norme	Désignation
NF EN 10088 (Europe)	Désignation symbolique : X2CrNiMo17-12-2 Désignation numérique : 1.4404
Afnor NF A 35573 (France)	Z2CND17-12
AISI (Etats-Unis)	316L
BS (Royaume-Uni)	316S12
SIS (Suède)	2343/2348/2553
UNS	S31603
JIS (Japon)	SUS316

I.3.1. Domaines d'application

L'AISI 316L est utilisé dans une large variété de domaines en raison de ses excellentes propriétés de résistance à la corrosion et de sa bonne résistance mécanique. Voici quelques-uns de ses principaux domaines d'application [10–12], leur répartition étant donné en Figure 3 :

- **Industrie chimique et pétrochimique** : Il est couramment utilisé dans la construction d'équipements tels que les réservoirs de stockage, les échangeurs de chaleur, les tuyauteries et les réacteurs en raison de sa résistance à la corrosion dans des environnements corrosifs contenant des produits chimiques agressifs [13, 14].
- **Industrie alimentaire et pharmaceutique** : En raison de sa résistance à la corrosion et de sa facilité de nettoyage, l'AISI 316L est largement utilisé dans la fabrication d'équipements de transformation alimentaire et pharmaceutique, tels que les réservoirs de stockage, les cuves de mélange, les équipements de conditionnement et les composants de machines [15].
- **Applications médicales** : Il est utilisé dans la fabrication d'instruments chirurgicaux, d'implants, de dispositifs médicaux et d'équipements hospitaliers en raison de sa biocompatibilité et de sa résistance à la corrosion dans les environnements biologiques [16–19].
- **Industrie maritime** : En raison de sa résistance à la corrosion dans les environnements marins, l'AISI 316L est utilisé dans la fabrication de composants tels que les équipements de pont, les pièces de gréement, les fixations et les systèmes d'échappement [20].
- **Applications automobiles** : L'AISI 316L trouve également de nombreuses applications dans l'industrie automobile grâce à sa résistance à la corrosion, sa robustesse mécanique et sa durabilité. Il est couramment utilisé dans la fabrication de composants de systèmes d'échappement, où sa résistance à la corrosion à haute température est essentielle pour assurer la longévité des pièces exposées aux gaz d'échappement. En outre, il est de plus en plus utilisé dans les véhicules électriques à batterie et les piles à combustibles [12, 21, 22].

Ces domaines d'application ne sont pas exhaustifs, mais ils démontrent la polyvalence de l'AISI 316L dans de nombreux secteurs industriels.

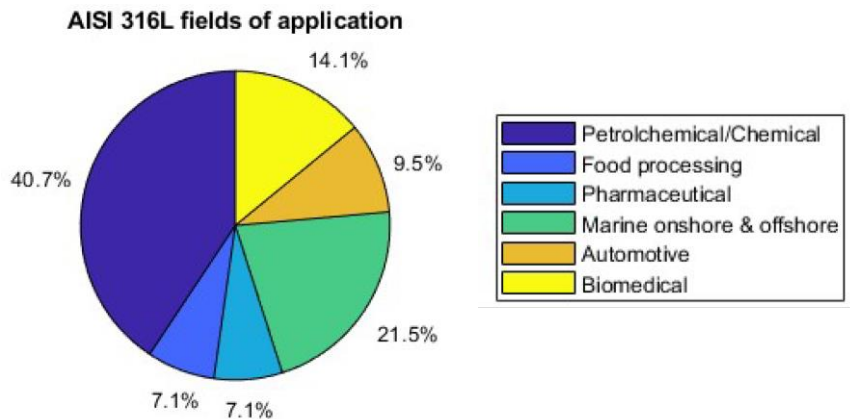


Figure 3 : Domaines d'application de l'AISI 316L [12]

I.3.2. Rôles des éléments d'alliage

Les principaux constituants de l'AISI 316L, après le fer et le carbone, sont le chrome, le nickel et le molybdène. Il peut contenir également du manganèse (< 2%) et de faibles quantités de silicium, phosphore et soufre. La teneur minimale et maximale de ces éléments est donnée dans le Tableau 3, selon la norme NF EN 10088 – 1 (Aciers inoxydables). Le "L" dans "316L" signifie "Low Carbon", ce qui indique que sa teneur en carbone est très réduite, cette dernière ne devant pas dépasser 0,03 % [5, 23]. Cette basse teneur en carbone permet de réduire fortement la formation de carbures aux joints de grains et d'assurer ainsi la bonne tenue à la corrosion intergranulaire.

Tableau 3 : Eléments d'alliage de l'AISI 316L [5]

Elément		Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	S	C	P
Teneur (% massique)	Min.	Reste	16,5	10	2	-	-	-	-	-
	Max.	Reste	18,5	14	3	2	1	0,045	0,03	0,03

Comme mentionné précédemment, le chrome confère à l'acier sa résistance à la corrosion généralisée ou uniforme, tandis que le nickel stabilise sa structure austénitique et améliore sa ténacité et sa ductilité. Le molybdène est ajouté pour renforcer la résistance à la corrosion localisée par piqûres en densifiant le film de passivation et en le rendant plus stable [24]. Toutefois, comme le chrome, il présente l'inconvénient d'être un élément carburigène². Le manganèse est parfois ajouté pour améliorer la résistance mécanique et aide également à désoxyder l'acier, en combinaison avec le silicium, éliminant ainsi les impuretés d'oxygène et améliorant la qualité de l'acier. Le silicium, en quantités contrôlées, améliore les performances de l'acier dans des environnements corrosifs ou à haute température. Enfin, il est essentiel de contrôler les niveaux de phosphore et de soufre, car ce sont des impuretés néfastes, affectant négativement sa résistance à la corrosion.

I.3.3. Phases et constituants

L'AISI 316L est un acier classé parmi les aciers inoxydables **austénitiques**. Cependant, selon les conditions de fabrication et les traitements thermiques, diverses phases et constituants peuvent être

² Qui a une forte affinité pour le carbone et favorise la formation de carbures

présents à température ambiante en plus de l'austénite. La littérature mentionne la possible présence de ferrite résiduelle (δ), de la phase sigma (σ), des phases Chi (χ) et de Laves (η), ainsi que de carbures et de nitrures. Ces phases et constituants ne sont souvent pas souhaitables et une bonne connaissance des réactions de précipitation est nécessaire pour éviter la détérioration des propriétés mécaniques ou chimiques [25].

Les diagrammes de phases jouent un rôle essentiel dans la prédiction de la formation de ces phases et constituants. Le diagramme ternaire Fe-Cr-Ni est, par exemple, le diagramme de base des aciers inoxydables austénitiques. Il est donné en Figure 4, avec pour exemple, une coupe à 70% de fer, pouvant représenter l'AISI 316L. La coupe met en évidence la présence de trois phases solides : l'austénite (γ), la ferrite (α) et la phase sigma (σ). Cependant, il ne permet pas de prédire avec précision les constituants présents à température ambiante, en particulier à cause du nombre d'éléments d'alliage supérieur à trois dans le cas de l'AISI 316L.

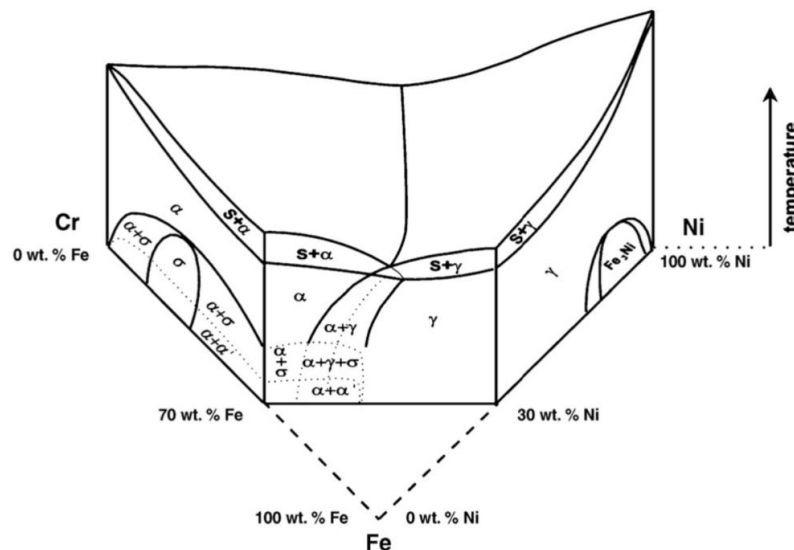


Figure 4 : Diagramme de phases ternaire Fe-Cr-Ni mettant en évidence le diagramme pseudo-binaire Cr-Ni pour 70 % de Fe [26]

Pour compléter les diagrammes de phases, divers modèles ont été développés pour prédire le comportement de l'alliage en fonction de sa composition globale. Ces modèles intègrent des coefficients empiriques qui tiennent compte du poids relatif de chaque élément dans l'alliage et de leur comportement alphagène ou gammagène. Dans ces diagrammes, l'abscisse représente le « chrome équivalent », c'est-à-dire le poids de l'ensemble des éléments alphagènes, tandis que l'ordonnée représente le « nickel équivalent », c'est-à-dire celui des éléments gammagènes. Le plus connu est le *modèle de Schaeffler*, qui a établi les équations suivantes et dont le diagramme est donné en Figure 5 :

Chrome équivalent : $(Cr)_{eq} = (\%Cr) + 1,5(\%Si) + (\%Mo) + 0,5(\%Nb)$ (Équation 1)

Nickel équivalent : $(Ni)_{eq} = (\%Ni) + 0,5(\%Mn) + 30(\%C)$ (Équation 2)

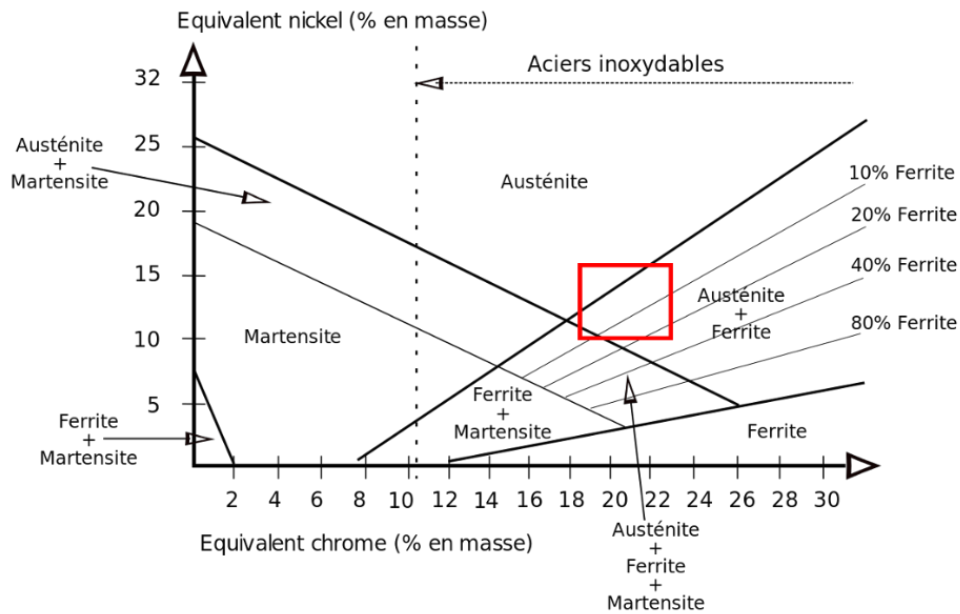


Figure 5 : Diagramme de Schaeffler [8]

En outre, les diagrammes TTT (Temps-Température-Transformation) sont des outils utilisés en métallurgie pour comprendre et prédire l'influence de la vitesse de refroidissement sur les transformations de phases dans les matériaux. Ce type de diagramme montre les transformations de phases sous des conditions isothermes, c'est-à-dire lorsque le matériau est maintenu à une température constante pendant un temps donné, comme par exemple lors d'un recuit isotherme. Un exemple est donné en Figure 6 pour l'AISI 316L et montre la formation des phases susmentionnées.

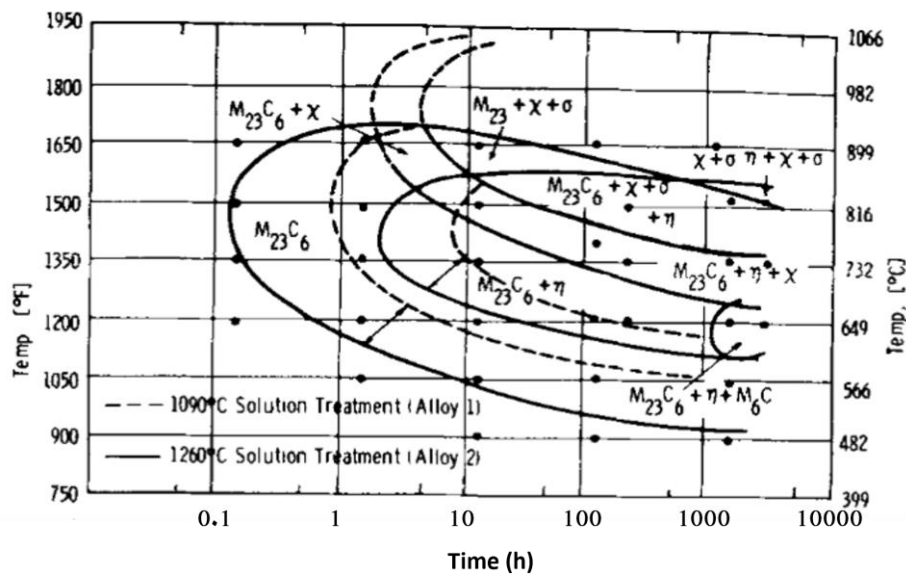


Figure 6 : Diagramme TTT de l'AISI 316L, recuit de mise en solution pendant 1,5 h à 1090°C (traits pointillés) ou 1260°C (traits pleins) et trempé à l'eau avant vieillissement. [27]

Les différentes phases et constituants sont décrits dans la suite.

I.3.3.1. Ferrite (δ)

La **phase ferritique δ** peut précipiter à des températures élevées, au-dessus de 1100°C pour certaines nuances, comme le montre la coupe du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr à 1100°C (Figure 7(a)). Elle peut persister après le refroidissement dans la matrice austénitique, comme le met en évidence le carré rouge dans le *diagramme de Schaeffler* (Figure 5), qui a été établi à partir des valeurs minimales et maximales des éléments du Tableau 3 pour l'AISI 316L.

Cette phase est caractérisée par une concentration élevée en éléments alphagènes tels que le chrome et le silicium et sa formation de ferrite est favorisée par les éventuelles ségrégations chimiques formées lors du refroidissement. Ainsi, des zones localement enrichies en éléments alphagènes peuvent aboutir à une structure en $\delta + \gamma$ [28].

La ferrite se présente généralement sous forme d'îlots dispersés, principalement autour des joints de grain (Figure 7 (b)). La réversion partielle ou totale de la ferrite δ en austénite γ peut se produire uniquement si la vitesse de refroidissement n'est pas trop rapide car cette transformation est contrôlée par la diffusion [29, 30].

Ainsi, la présence de ferrite au sein de la matrice austénitique est influencée par la composition chimique du matériau, les vitesses de solidification et de refroidissement, mais elle dépend également des traitements thermiques ou mécaniques [31].

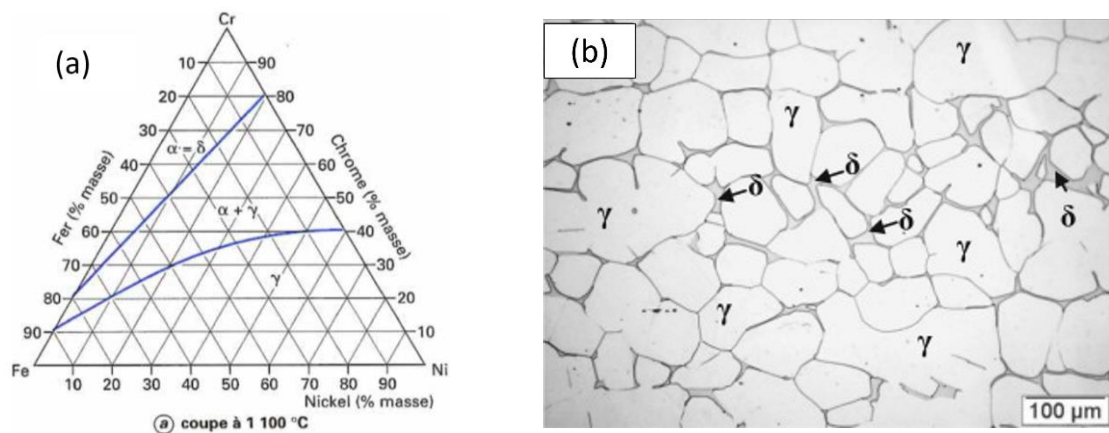


Figure 7 : (a) Coupes du diagramme ternaire Fe-Ni-Cr à 1100°C [32] (b) Ferrite aux joints de grains [33]

La présence de ferrite ne constitue pas nécessairement un problème. Dans certains cas, elle peut même être bénéfique. De nombreux chercheurs estiment qu'une teneur de 5 à 10% de ferrite δ réduit la fissuration à chaud et la micro-fissuration du métal lorsqu'il est soumis à des processus de soudage [34, 35]. Cependant, un excès de ferrite peut altérer les propriétés de corrosion [36]. En outre, au cours d'un refroidissement lent, cette ferrite peut se transformer en phase sigma, dure et fragile [32].

I.3.3.2. Phase sigma (σ)

La précipitation de la **phase σ** , de structure cristalline tétragonale, survient généralement pendant un maintien prolongé à des températures comprises entre 600°C et 1000°C [37]. Elle se forme en particulier

dans les aciers contenant un fort taux de chrome et du molybdène. Les atomes de Cr et Mo, alphagènes, diffusent de la ferrite vers les interfaces comme le schématise la Figure 8 (a) [38]. La phase σ précipite donc dans les zones de forte concentration en chrome de la ferrite δ , se formant ainsi directement à l'intérieur de celle-ci (Figure 8 (b)) [37, 39, 40].

Une composition chimique typique de la phase sigma trouvée dans les aciers 316L est la suivante (% massiques) : 55% Fe, 29% Cr, 11% Mo et 5% Ni [41]. La précipitation de cette phase représente l'une des principales causes de détérioration des propriétés des aciers inoxydables car si elle est présente en large quantité, elle fragilise l'ensemble de l'acier. En outre, à cause de la teneur locale en chrome non homogène, la tenue à la corrosion de l'acier peut être compromise [32].

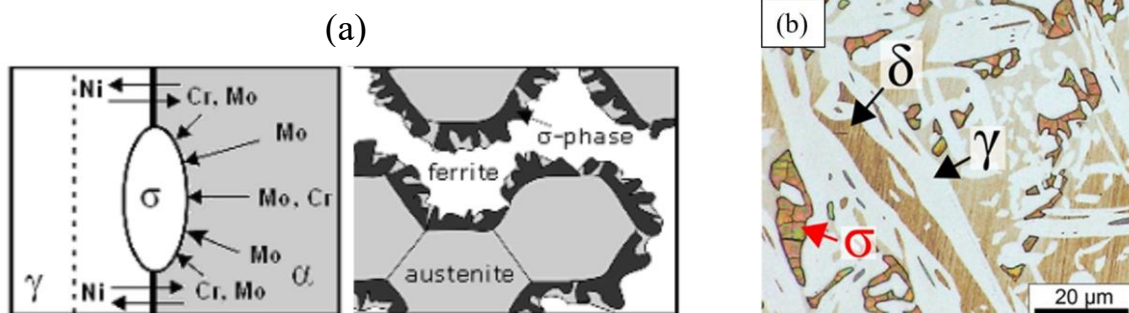


Figure 8 : (a) Mécanisme de formation de la phase sigma [38] (b) Phase sigma présente dans la ferrite [42]

1.3.3.3. Carbures

La solubilité du carbone dans la phase austénitique diminue rapidement à mesure que la température baisse, et une teneur élevée en Ni diminue encore cette solubilité. Par conséquent, la précipitation de **carbure de type $M_{23}C_6$** , où M représente un atome métallique (Cr, Fe, Mo ou Ni), est très fréquente dans les aciers inoxydables. Les carbures $M_{23}C_6$, de structure cfc, précipitent principalement aux joints de grains (Figure 9), puis aux parois de macles et enfin dans les grains. Lorsque de la ferrite est présente dans la phase austénitique, la formation de ces carbures commence généralement aux interfaces entre la ferrite et l'austénite, car la diffusion des éléments d'alliage est plus rapide dans la ferrite que dans l'austénite. De plus, la cinétique de précipitation de ces carbures est influencée par la vitesse de diffusion du chrome dans le fer, qui est particulièrement rapide dans la plage de température de 600 à 900°C [41, 43].

Des **carbures de type M_6C** peuvent également précipiter, bien que leur présence soit moins fréquemment rapportée que celle des carbures de type $M_{23}C_6$. En effet, d'après le diagramme TTT (Figure 6), sa précipitation advient pour des temps très longs à des températures relativement basses. On les retrouve dans les aciers inoxydables austénitiques contenant du tungstène et du niobium mais surtout et en particulier, dans ceux contenant du molybdène. Ce type de carbure a une structure cfc. Le carbure M_6C contient toujours plus d'un élément métallique, ce qui nécessite la présence d'au moins trois types

d'atomes. Il est supposé que les ajouts d'azote favorisent la précipitation des carbures M_6C au détriment des $M_{23}C_6$, car les premiers peuvent dissoudre une plus grande quantité d'azote que les seconds [41].

Comme évoqué précédemment, la présence de ces carbures est souvent associée à une perte de résistance à la corrosion. L'utilisation d'un acier à faible teneur en carbone, tel que l'AISI 316L, ne peut pas empêcher entièrement la formation de ces carbures, mais elle peut considérablement la réduire.

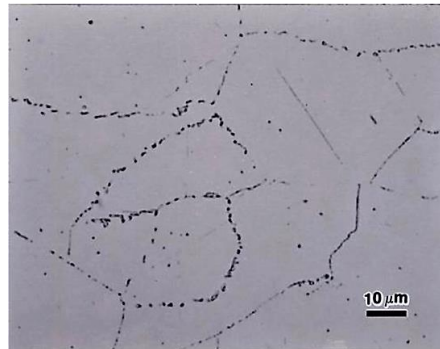


Figure 9 : Exemple de précipitation de carbures aux joints de grains [44]

I.3.3.4. Phase Chi (χ)

La **phase Chi (χ)** est un composé intermétallique de structure cc, présent dans les aciers inoxydables austénitiques contenant du molybdène, comme l'atteste le diagramme pseudo-ternaire Fe-Cr-Ni-Mo (Figure 10). Cette phase précipite lorsque la concentration en chrome est supérieure à 15% massique et sa composition dans un acier 316L est typiquement $(FeNi)_{36}Cr_{18}Mo_4$.

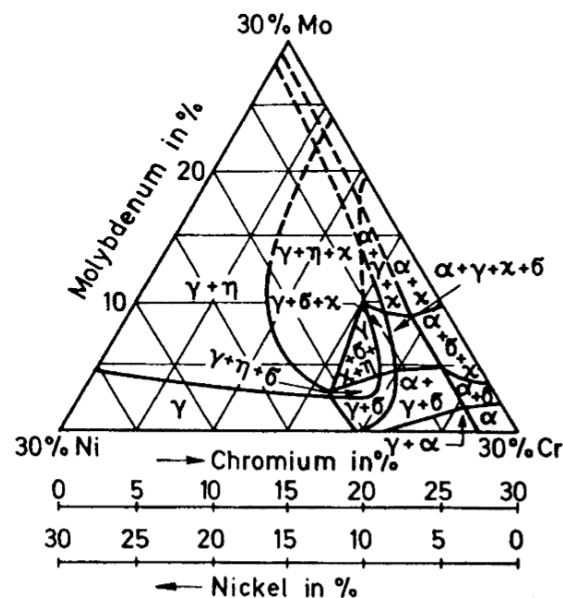


Figure 10 : Coupes isothermes du système Fe-Cr-Ni-Mo avec une teneur en fer constante de 70% (massique) à 816°C [41]

Elle est observée aux alentours de 750°C lors de maintiens en température prolongés, et se localise habituellement aux joints de grains (Figure 11), aux parois de macles et parfois dans les grains sur les dislocations. Cette phase croît souvent depuis les carbures $M_{23}C_6$ qui se décomposent après de longues

périodes à haute température. La structure cristalline de la phase χ présente de larges interstices qui permettent l'insertion de carbone et par conséquent, cette phase est parfois décrite comme un carbure $M_{18}C$. Contrairement à la phase σ , elle n'est pas à l'état d'équilibre thermodynamique et tend généralement à être absorbée par la croissance de la phase σ [25, 41, 45].

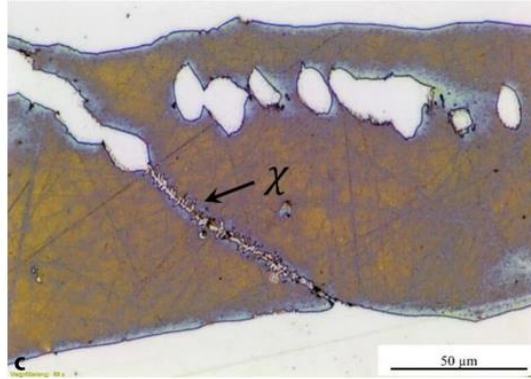


Figure 11 : Exemple de formation de phase χ dans un acier duplex (la ferrite apparaît en marron foncé et l'austénite en blanc) [46]

I.3.3.5. Phases de Laves (η)

La **phase de Laves (η)** est un intermétallique pouvant se former dans les aciers inoxydables contenant du molybdène, avec une composition nominale Fe_2Mo . Elle présente une structure hexagonale et précipite généralement sous forme de particules équiaxes à l'intérieur des grains, parfois également sur les joints de grains. Elle apparaît après des temps de vieillissement relativement longs et est généralement stable en dessous de $815^\circ C$, mais cela dépend fortement des teneurs en Mo. Sa formation interagit avec celle des phases σ et χ , rentrant en concurrence avec ces dernières. Par exemple, la présence de ferrite δ retarde sa formation car elle renforce celle des phases σ et χ [41]. Cette phase est peu reportée pour les aciers de type 316L, mais peut parfois se former, notamment avec les procédés de fabrication additive impliquant la fusion [47].

I.3.3.6. Nitrures

Lorsque l'acier est exposé à l'azote, ce dernier se dissout dans la matrice métallique pour former une solution solide. Cette situation peut survenir, par exemple, lors de traitements de nitruration ou dans l'utilisation d'une atmosphère contenant de l'azote. Ce dernier, en plus d'améliorer les propriétés mécaniques, est un fort stabilisateur de l'austénite. Il permet donc généralement d'inhiber la formation de ferrite δ . Dans l'AISI 316L, la quantité d'azote pouvant être dissoute en solution solide est limitée à environ 0,4% en masse [48].

Lorsque les cristaux sont saturés en azote, des nitrures de structure cfc peuvent alors précipiter. Les nitrures qui précipitent dans les aciers inoxydables austénitiques peuvent être regroupés en deux catégories, dépendant de la quantité d'azote dissoute [41, 48] :

- Les **nitrures primaires de type MN** ($M = Zr, Ti, Nb$ et V), qui se forment pour de faibles concentrations massiques ($< 0,1\%$).

- Les **nitrures secondaires de type M_2N** ($M = Cr, Fe$), qui précipitent dans les aciers inoxydables contenant des concentrations massiques élevées (0,1 à 0,9 % ou 0,4% pour l'AISI 316L). Les plus communs dans l'AISI 316L sont les nitrures de chrome Cr_2N , qui se forment aux alentours de 900°C [25].

Tous comme les carbures, les nitrures ont tendance à réduire la résistance à la corrosion mais, si le procédé le permet, la formation de nitrures peut être évitée en augmentant la vitesse de refroidissement à environ 200°C/min [48].

I.3.4. Traitements thermiques

I.3.4.1. Hypertrempe

Un traitement thermique d'hypertrempe est souvent appliqué aux aciers inoxydables austénitiques afin d'obtenir une matrice austénitique stable, homogène et ductile [31]. Il s'agit d'un maintien à haute température, suivi d'une trempe à l'eau. S'il est adéquatement choisi, le traitement thermique permet de remettre en solution solide les éléments tels que le carbone et l'azote et de les redistribuer de façon plus homogène. La température choisie doit être comprise dans la plage de formation de l'austénite et doit être [32] :

- Assez haute pour permettre la dissolution des carbures et des nitrures et pour éviter les plages de formation des phases indésirables (σ , χ , ou Laves). Les phases intermétalliques les plus stables en température sont celles liées à la présence de molybdène et sont généralement stables en dessous de 1050°C.
- Assez basse pour éviter la formation de ferrite δ , présente généralement au-dessus de 1200°C. En outre, si la température est trop élevée, il risque d'y avoir un grossissement excessif des grains, ce qui pourrait dégrader les propriétés mécaniques.

Ainsi, pour l'AISI 316L, le traitement consiste typiquement en un maintien entre 1050 et 1150°C pendant 1h, suivi d'un refroidissement rapide. Le refroidissement rapide est nécessaire pour conserver l'austénite à température ambiante et pour éviter la précipitation des constituants ou phases indésirables présentées ci-dessus et montrées sur le diagramme TTT en Figure 6 [10, 32].

Pour ce type d'acier contenant très peu de carbone, le risque de transformation martensitique est fortement limité malgré le refroidissement rapide [49] car les températures de début de transformation martensitique se situent en dessous de 0°C [50].

I.3.4.2. Traitement anti-ferrite des nuances inoxydables austénitiques

De la ferrite δ peut subsister en conditions métastables dans la microstructure après l'hypertrempe, notamment dans les zones de ségrégation chimique riches en éléments alphagènes. Pour éliminer ou minimiser ces ségrégations, un traitement dit « d'homogénéisation » de 24 à 36h à une température allant de 1150 à 1200°C peut être effectué. Ce long maintien, permet la bonne redistribution de tous les éléments chimiques par diffusion. Il est suivi d'un lent refroidissement jusqu'à la température

d'hypertrempe afin de reconvertir en austénite la ferrite δ formée pendant le long maintien. Ce traitement est généralement appliqué sur demi-produits ou pièces moulées [32].

II. Procédés de mise en forme de l'acier inoxydable 316L

L'AISI 316L peut être mis en forme par des procédés conventionnels ou par des procédés non conventionnels, qui sont décrits dans la suite. Un procédé dit "conventionnel" fait référence à une méthode, une technique ou un processus qui est largement utilisé et accepté comme standard dans une industrie donnée. Ce terme implique que la méthode en question est traditionnelle, bien établie et largement reconnue pour sa fiabilité, sa répétabilité et son efficacité.

II.1. Procédés conventionnels

II.1.1. Métallurgie traditionnelle

II.1.1.1. Présentation des procédés

L'AISI 316L peut être mis en forme à l'aide de plusieurs procédés conventionnels :

- **Le formage mécanique** : Ce processus englobe des méthodes telles que le laminage, l'estampage, la forge, et d'autres méthodes qui utilisent des pressions mécaniques (compression, flexion ...) pour donner forme à l'acier selon un outillage prédéterminé.
- **Le soudage** : L'AISI 316L peut être soudé en utilisant diverses techniques telles que le soudage à l'arc, le soudage par résistance, le soudage par points, etc. Toutefois, des précautions sont souvent nécessaires pour préserver ses propriétés anticorrosion après le soudage.
- **L'usinage** : Les techniques d'usinage, telles que le tournage, le fraisage, le perçage, permettent de façonner l'acier en retirant de la matière.
- **Le moulage** : L'AISI 316L peut être utilisé dans des procédés de moulage comme la coulée sous pression ou le moulage au sable pour produire des pièces de formes complexes et variées. Ces procédés impliquent la fusion du matériau.
- **La découpe au laser** : Les technologies de découpe au laser peuvent être utilisées pour découper avec précision des formes complexes.

Ces procédés peuvent être utilisés individuellement ou en combinaison en fonction des besoins spécifiques de fabrication.

II.1.1.2. Avantages et inconvénients

Les procédés de métallurgie conventionnels présentent plusieurs avantages et inconvénients. D'une part, ils sont bien maîtrisés et couramment utilisés dans l'industrie, facilitant ainsi la production en grande série à des coûts relativement bas. D'autre part, ces procédés offrent une grande variété de produits finis avec des propriétés mécaniques et physiques bien définies et reproductibles.

En revanche ces procédés peuvent être limités lorsqu'il s'agit de produire des formes complexes ou de traiter des matériaux de haute pureté ou de composition spécifique. L'équipement nécessaire pour ces

procédés peut être coûteux à installer et à entretenir, ce qui peut représenter un investissement significatif pour les entreprises. En outre, certains procédés sont relativement lents, entraînant des délais de production plus longs par rapport à des technologies plus modernes. Ils peuvent également générer des déchets importants de matériau. La nécessité de main-d'œuvre qualifiée et de temps de travail considérable peut augmenter les coûts de production [51]. Enfin, l'AISI 316L présente une dureté relativement faible et est difficile à usiner. Néanmoins, la diversité de ses domaines d'application en fait un candidat particulièrement intéressant pour la métallurgie des poudres.

II.1.2. Métallurgie des poudres

II.1.2.1. Compaction de poudre

La compaction de poudre implique le remplissage d'un moule avec une poudre fine d'AISI 316L. Une force significative est ensuite appliquée pour comprimer la poudre et obtenir une préforme qui sera ensuite frittée. Le processus de frittage sera détaillé dans la partie III.

II.1.2.2. Compaction isostatique à chaud ou à froid

La compaction isostatique est un procédé dans lequel une pression uniforme est exercée sur un conteneur hermétiquement scellé, rempli de poudre métallique compactée. La pression est exercée à l'aide d'un gaz ou d'un liquide.

Ce procédé peut être réalisé à haute température et dans ce cas, il est appelé CIC pour « Compression Isostatique à Chaud » (ou HIP en anglais pour *Hot Isostatic Pressing*) ; ou à température ambiante et est alors appelé CIF pour « Compression Isostatique à Froid ». La CIC est utilisée pour produire directement des pièces métalliques ou pour augmenter la densité des pièces issues d'autres procédés.

II.1.2.3. Procédé de moulage par injection

Le procédé de moulage par injection de poudre, également connu sous l'acronyme PIM (pour *Powder Injection Molding*), implique l'injection d'un mélange de poudre métallique ou céramique et de liants polymères dans un moule. Dans le cas des matériaux métalliques, il est désigné sous le nom de **MIM**, abréviation de *Metal Injection Molding*.

Ce procédé se décompose en quatre étapes principales, comme illustré en Figure 12. Tout d'abord, la matière première, appelée "feedstock", est produite sous forme de granulés en mélangeant la poudre avec des liants organiques. Ensuite, ces granulés sont injectés dans un moule grâce à une presse à injecter. La pièce ainsi obtenue est appelée « **pièce verte** » et est, à ce stade, constituée d'une matrice polymère chargée en poudre métallique. Le liant doit ensuite être éliminé par déliantage pour obtenir une « **pièce brune** », puis la pièce est finalement densifiée par frittage.

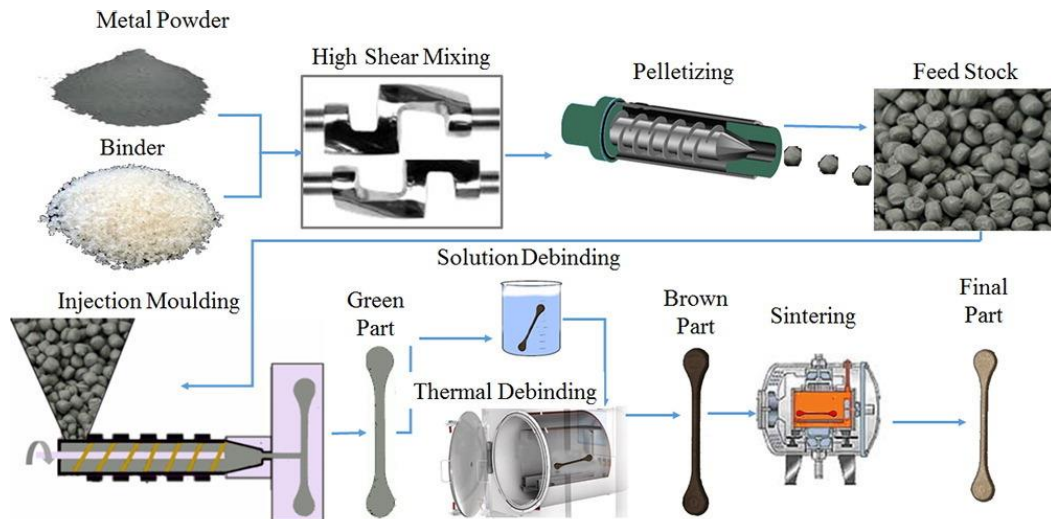


Figure 12 : Procédé MIM [52]

➤ Choix et élaboration du feedstock

Bien que le liant ne soit pas présent dans la composition finale de la pièce, il est indispensable pour le transport de la poudre et le maintien de la forme avant le frittage. Il est généralement constitué [53] :

- D'un ou plusieurs polymère(s) de structure
- D'un plastifiant de faible viscosité pour faciliter l'étape d'injection
- D'additifs tels que des dispersants pour stabiliser le mélange

Le liant structurel est souvent composé d'un liant primaire qui est soluble dans un solvant et d'un liant secondaire, non soluble. A titre d'exemple, le premier mélange breveté dans les années 60 était composé de cires et d'huiles comme liant primaire et de polyoléfine comme liant secondaire [54].

Une quantité importante de poudre doit être incorporée dans ce liant afin d'obtenir des pièces finales denses. Le taux de poudre optimal correspond à celui qui permet d'obtenir le plus haut degré de compacité dans l'empilement des particules de poudre, tandis que le liant ne remplit que les vides entre les grains de poudre. Toutefois, une quantité trop importante de poudre conduit à une forte viscosité, ce qui complique, voire rend impossible l'injection. Il existe donc un taux de charge critique. En règle générale, les taux de charge volumiques varient entre 50 et 65%, en fonction du type de poudres et de liants employés. La taille des poudres utilisée dans le procédé MIM varie la plupart du temps entre 20 et 30 μm [53].

Le feedstock est préparé grâce à des mélangeurs et/ou extrudeuses à fort taux de cisaillement afin d'assurer une bonne homogénéité du mélange poudre/liant [53].

➤ Injection du feedstock

Les pièces vertes sont produites grâce à des presses d'injection-moulage dont un schéma est présenté en Figure 13. Les granulés sont versés dans la trémie (*hopper*, en anglais) puis le liant est ramolli grâce à l'action combinée des éléments chauffants et de la friction de la vis. La matière devenue ainsi malléable

est poussée vers la buse grâce à la rotation de la vis puis injectée sous pression dans un moule. Une fois la pièce refroidie, elle est éjectée du moule, qui est composé de deux parties.

Le liant ne faisant pas partie de la pièce finale, il convient de l'éliminer par une ou plusieurs étapes de déliantage, qui seront détaillées dans la partie III. Enfin, la pièce est frittée, afin d'obtenir une pièce dense.

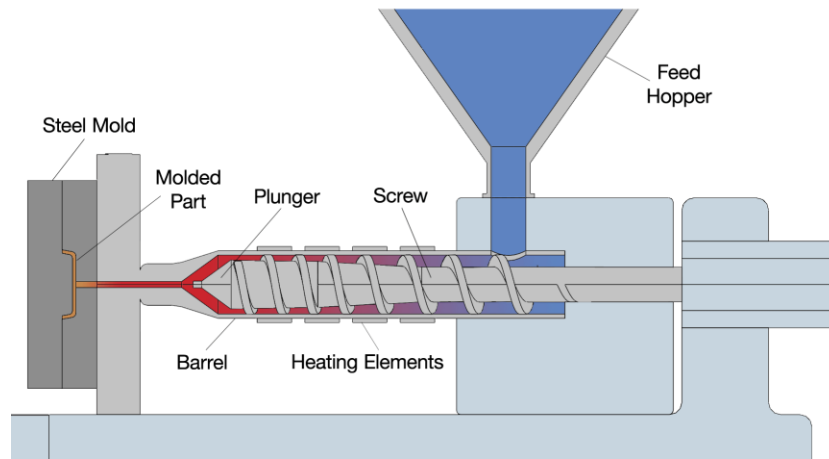


Figure 13 : Schéma d'une presse à injecter [55]

➤ Avantages et inconvénients du MIM

La mise en forme par le procédé MIM est particulièrement adaptée à la réalisation de pièces de formes complexes, qui seraient coûteuses ou impossible à mettre en forme par d'autres technologies. Il permet notamment la création de trous transversaux et latéraux, de trous angulaires, de nervures, de sillons et de rainures et il permet d'obtenir des pièces de grande précision. En outre, il est possible de créer des pièces entières, sans passer par un assemblage et le taux de rejet des pièces produites est généralement faible, ce qui réduit les coûts de production. Enfin, cette technologie permet la mise en forme d'une large gamme de matériaux. Toutefois, les moules d'injection sont coûteux et cela rend cette technologie économiquement intéressante uniquement pour la production de moyenne ou grandes séries. En outre, elle se limite à des pièces de petite ou moyenne taille car plus la taille augmente, plus les étapes liées au déliantage et au frittage deviennent complexes. En particulier, le déliantage thermique est difficile, voire impossible pour des parois de plus de 10 mm [56].

II.2. Fabrication additive

II.2.1. Généralités sur la fabrication additive

Le terme “**impression 3D**” ou “**fabrication additive**” englobe toutes les technologies servant à produire des objets couche par couche de manière automatisée et reproductible.

Un modèle 3D de l'objet à produire est créé numériquement à l'aide d'un logiciel de CAO (Conception Assistée par Ordinateur) ou par l'acquisition numérique d'un objet 3D existant via un scanner. Le modèle est ensuite exporté au format STL (*Standard Tessellation Language*), qui transforme le modèle géométrique en un maillage, définissant la surface de la pièce par un ensemble de triangles orientés.

Enfin, l'objet numérique est découpé par un logiciel dédié à la fabrication additive en une multitude de coupes transversales, appelées « tranches » (ou *slices*, en anglais). Le format du fichier obtenu après cette opération est le « **g-code** », qui est un langage de programmation contenant les instructions spécifiques pour le mouvement des axes de l'imprimante, l'extrusion de la matière et d'autres paramètres tels que la température d'extrusion. Le fichier ainsi obtenu est ensuite envoyé à l'imprimante (Figure 14).

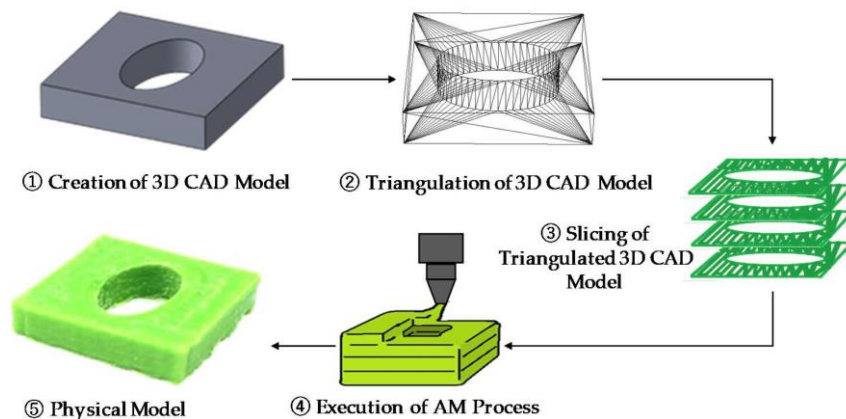


Figure 14 : Chaîne de l'impression 3D [57]

A ce jour, il existe 7 familles de technologies normalisées de fabrication additive (NF ISO 17296 – 2) [58, 59] et seules celles pouvant être utilisées pour produire des pièces métalliques seront décrites dans la suite³.

Les procédés de fabrication additive métalliques (FAM) peuvent être classés en deux catégories : **les procédés directs** où la pièce imprimée est entièrement formée de métal et peut être utilisée directement après l'impression et **les procédés indirects** où la pièce imprimée est constituée de liant(s) et de poudre métallique, nécessitant des étapes de déliantage et de frittage.

II.2.2. Fabrication additive métallique directe

II.2.2.1. Fusion sur lit de poudre

La famille de technologie la plus utilisée dans le monde de l'industrie est celle de la fusion sur lit de poudre, appelée **PBF** pour *Powder Bed Fusion*. Une première couche de poudre est étalée grâce à un racleur puis une source d'énergie concentrée vient fondre localement la poudre selon le tracé déterminé par l'ordinateur pour une couche (Figure 15). Une nouvelle couche de poudre est ensuite étalée et l'opération recommence jusqu'à formation complète de la pièce. A la fin de l'opération, la pièce étant ensevelie sous la poudre, il convient de la sortir du bloc et de la dépoudrer. L'impression est généralement suivie d'une ou plusieurs étapes de finition telle que la tribo-finition car les pièces en sortie d'impression sont rugueuses à cause des poudres partiellement fondues qui restent en surface. La source d'énergie peut être apportée par un laser et dans ce cas elle est appelée **L-PBF** (L pour *Laser*) ou

³ Sauf la technologie de stratification en couches qui reste à ce jour très marginale.

un faisceau d'électrons et sera appelé dans ce cas **EB-PBF** (EB pour *Electron Beam*). D'autres appellations existent toutefois pour ces procédés.

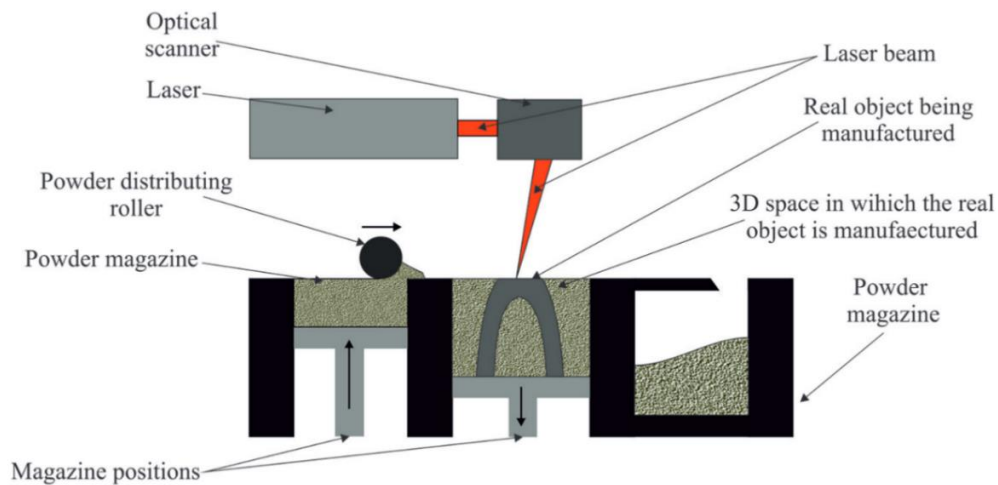


Figure 15 : Principe du L-PBF [60]

II.2.2.2. Dépôt de matière sous énergie concentrée

Le dépôt de matière sous énergie concentrée appelé **DED** pour *Direct Energy Deposition* est une famille de procédés qui consistent à soumettre de la poudre ou un fil métallique à une source de chaleur qui fait fondre le métal au fur et à mesure qu'il est déposé [61]. De nombreuses sources de chaleur peuvent être utilisées : laser, faisceau d'électron, arc, électrique, etc.

Cette technologie est souvent désignée par d'autres noms tels que *Laser Engineered Net Shaping* (LENS), *Direct Metal Deposition* (DMD), *Electron Beam Additive Manufacturing* (EBAM®), *Wire Arc Additive Manufacturing* (WAAM) etc. en fonction de l'application ou de la méthode spécifique. Des exemples de technologies sont donnés en Figure 16.

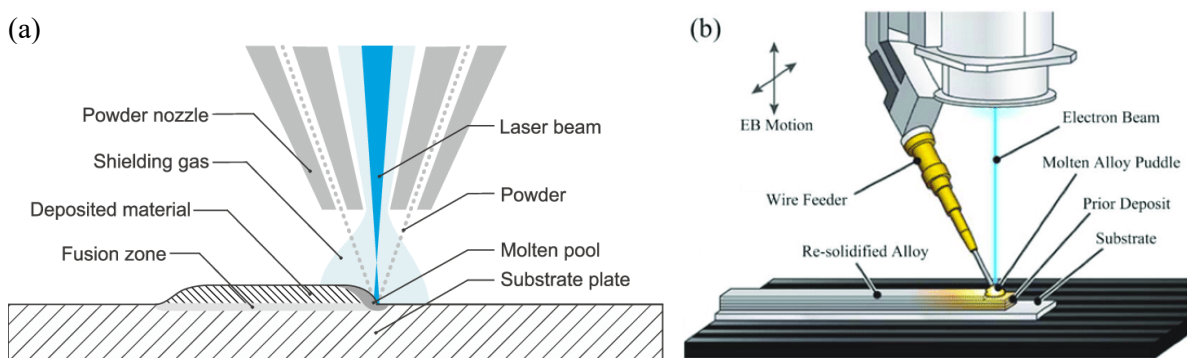


Figure 16 : Exemples de différentes technologies DED (a) LENS [62] (b) EBAM® [63]

II.2.2.3. Avantages et inconvénients de la fabrication additive directe

Les procédés de fabrication additive directe présentent plusieurs avantages : ils permettent une liberté de conception pour réaliser des pièces aux formes complexes et innovantes, contribuent à la réduction des déchets en ajoutant du matériau couche par couche là où il est nécessaire, autorisent la personnalisation des pièces et permettent généralement de réduire les délais de production.

Cependant, ils présentent également des inconvénients : le coût initial d'investissement est souvent très élevé, les pièces fabriquées peuvent présenter des défauts de qualité, les choix de matériaux sont souvent limités, des opérations de finition supplémentaires peuvent être nécessaires, et les dimensions des pièces sont souvent restreintes par la taille des machines. De plus, les poudres libres utilisées en fabrication additive présentent des risques pour l'humain, d'une part car elles sont fortement explosives et d'autre part car l'inhalation de poudres peut provoquer des problèmes respiratoires tels que l'asthme, la bronchite ou d'autres maladies pulmonaires chroniques. Certaines poudres métalliques, comme le nickel ou le cobalt, sont également toxiques et peuvent entraîner des réactions allergiques ou être cancérigènes après une exposition prolongée. De plus, le contact direct avec la peau peut provoquer des irritations ou des dermatites. Par conséquent, il est essentiel d'adopter des mesures de sécurité adéquates, telles que l'utilisation de masques respiratoires, de gants et de systèmes de ventilation appropriés, pour minimiser ces risques et protéger la santé des travailleurs [64].

II.2.3. Fabrication additive métallique indirecte

Les procédés de FAM indirect sont largement inspirés du procédé PIM. En effet, après mise en forme, les pièces produites sont des pièces composites « vertes » qu'il est nécessaire de déliantier, puis de fritter.

II.2.3.1. Projection de liant

La technique d'impression 3D par projection de liant (**BJ**, pour *Binder Jetting*) consiste à appliquer sélectivement un liant adhésif sur une couche uniformément répartie de matériau cible se présentant sous forme de poudre. Il peut s'agir de matériau à base de céramique ou de métal. Chaque couche est formée de manière analogue à l'action des imprimantes 2D, où de l'encre est déposée sur du papier. Une fois qu'une couche est finalisée, le lit de poudre descend et une nouvelle couche de poudre est déposée sur la surface de construction. Ce processus est répété jusqu'à ce que toutes les pièces soient fabriquées (Figure 17). Les échantillons sont finalement dépoudrés, déliantés puis frittés [65].

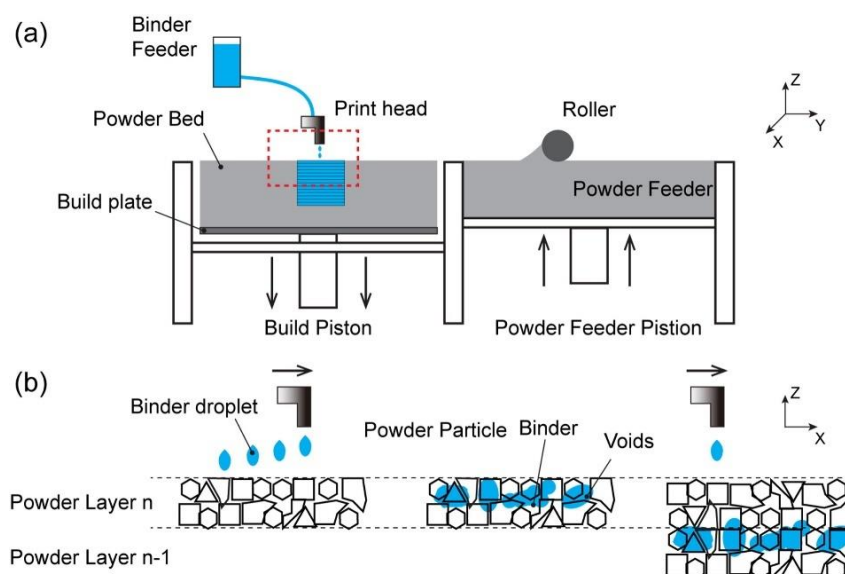


Figure 17 : Principe du BJ [66]

II.2.3.2. Extrusion de matière

Les technologies d'extrusion impliquent l'impression d'un feedstock composé d'un mélange de polymères et de poudres. Elles peuvent être classées en fonction de la manière dont la matière première est amenée à la buse d'extrusion [67, 68]. La matière peut être poussée par un **piston**, par une **vis** ou par un **filament** lorsqu'elle est sous cette forme (Figure 18). Dans tous les cas, les liants polymères sont fondus grâce aux éléments chauffants et le mélange est extrudé à travers une buse et déposé couche par couche. La pièce verte est ensuite déliantée et frittée.

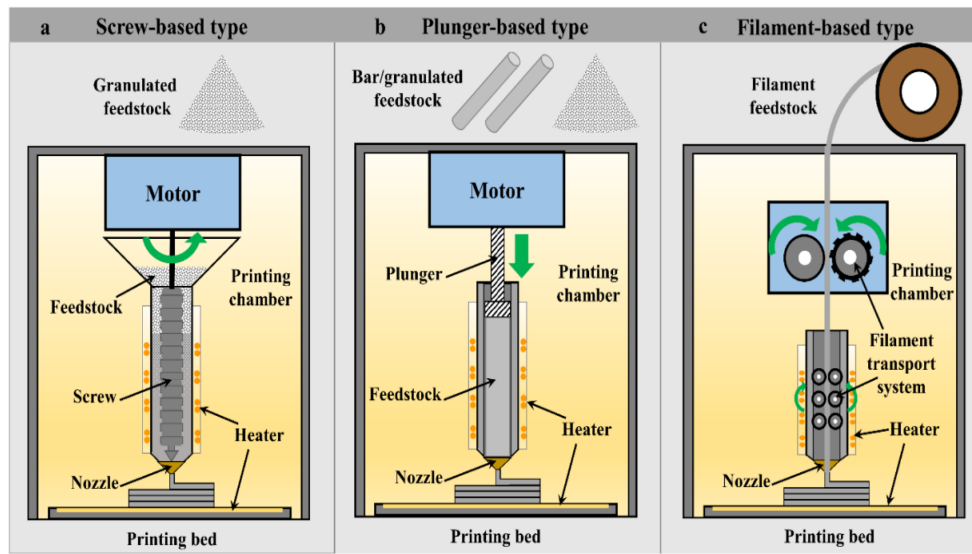


Figure 18 : Classification des technologies d'extrusion [68]

Ces technologies sont récentes et n'ont pas encore de nom officiellement établi. Par conséquent, il existe dans la littérature de nombreuses dénominations et abréviations différentes :

- **MIM – like**, tirant son nom du procédé d'injection dont il s'inspire largement [1],
- **MEAM** pour *Metal (ou Material) Extrusion Additive Manufacturing* [69, 70],
- **MEX, metal MEX** ou encore **ME**, également pour *Metal (ou Material) Extrusion Additive Manufacturing* [68],
- **BMD™** pour *Bound Metal Deposition*, nom déposé par l'entreprise Desktop Metal,
- **ADAM** pour *Atomic Diffusion Additive Manufacturing*, nom créé par l'entreprise Markforged,
- **CEM** pour *Composite Extrusion Modeling* [71],
- **PAM** pour *Pellet Additive Manufacturing*, nom créé par l'entreprise Pollen,
- **FDMet** pour *Fused Deposition Modeling of Metal* [72],
- **FDMS** pour *Fused Deposition Modeling and Sintering* [73],
- **3DEP** pour *3D Extrusion Printing* [74],
- **metEBAM** pour *Metal Extrusion Based Additive Manufacturing* [75],
- **FFFm ou mFFF** pour *Fused Filament Fabrication of metals*, nom uniquement employé pour la technologie filament [76, 77],

- **PDS** pour *Printing Debinding Sintering* [78],
- **EAM** pour *Extrusion-based Additive Manufacturing* [79].

Dans la suite du texte, les procédés d'extrusion seront appelés comme suit : **MEAM** fera référence à la catégorie générale des procédés d'extrusion de métaux. Les procédés utilisant des filaments seront appelés **FFFm**, tandis que ceux employant des granulés seront qualifiés de **MIM-like**, ce terme ayant été retenu pour maintenir l'affiliation de cette technologie avec le procédé MIM.

a) Extrusion de filament

L'extrusion de filament a d'abord été brevetée par la société Stratasys en 1991 et commercialisée sous le nom de *Fused Deposition Modeling* ou FDM. Le filament, préalablement enroulé en une bobine, est acheminé et poussé par l'intermédiaire de deux roues motrices, puis il traverse un élément chauffant qui ramollit la matière. Enfin, la matière passe à travers une buse pour être extrudée.

L'idée d'utiliser la FDM pour la production de pièces métalliques a été présentée pour la première fois en 1996 avec de l'acier inoxydable martensitique 17-4 PH et du carbure de tungstène-cobalt par Agarwala *et al.* [72]. Cependant, le premier filament commercialisé, développé par BASF SE, n'est apparu qu'en 2018. La plupart des machines FDM sont utilisables pour imprimer des filaments composites [67] et par conséquent, le coût d'investissement initial est très faible, comparé aux technologies de FAM directe. D'après la revue de Suwanprecha *et al.* [68] datant de 2022, seules deux entreprises commercialisent des imprimantes filaments spécifiquement conçues pour imprimer les métaux, Markforged™ (Etats-Unis) avec son imprimante MetalX et CoLiDo™ (Chine).

Toutefois, le procédé présente de nombreuses contraintes liées à la production de filaments composites. Le filament doit en effet présenter une section constante et avoir une résistance mécanique suffisante pour maintenir sa forme après son passage dans les roues motrices, tout en restant suffisamment flexible pour être enroulé. De plus, lorsque le taux de charge en poudre dépasse un certain seuil, les filaments deviennent cassants. A cause de ces exigences, il existe relativement peu de matériaux composites extrudables sous forme de filament [80].

b) Extrusion par piston

L'extrusion par piston utilise comme feedstock des granulés ou des barres pour alimenter la buse et permet donc de s'affranchir des contraintes liées aux filaments. Une entreprise basée aux États-Unis, Desktop Metal Inc., commercialise des machines de fabrication additive utilisant cette technologie [80]. Par ailleurs, des chercheurs ont développé des systèmes en interne, comme Giberti *et al.* [81] ou encore Waalkes *et al.* [82], permettant l'utilisation de matières premières MIM, avec un coût de production de machine similaire à celui des systèmes ouverts à base de filaments polymères (5-10 k€).

Ce système présente comme principal avantage une manipulation du feedstock nettement plus aisée que celle des filaments. De plus, le taux de charge en poudre peut dépasser celui des filaments et rivaliser

avec celui du MIM. Cependant, l'un de ses principaux inconvénients réside dans la difficulté de réapprovisionnement en matière première, car le processus doit être interrompu pour le rechargement.

c) Extrusion à vis

L'utilisation de granulés avec une extrudeuse à vis offre l'avantage de contourner à la fois les limitations associées aux filaments et, contrairement à la technologie par piston, assure un approvisionnement continu et ininterrompu. C'est pourquoi plusieurs groupes de recherche et entreprises se sont penchées sur les machines d'extrusion à vis qui peuvent utiliser des granulés. Dans ce procédé, une vis sans fin est alimentée en granulés (Figure 19). Tout comme le MIM, les liants polymères sont fondus grâce à des éléments chauffants et à la friction engendrée par la rotation de la vis, permettant ainsi à la matière fondue d'être poussée à travers une buse.

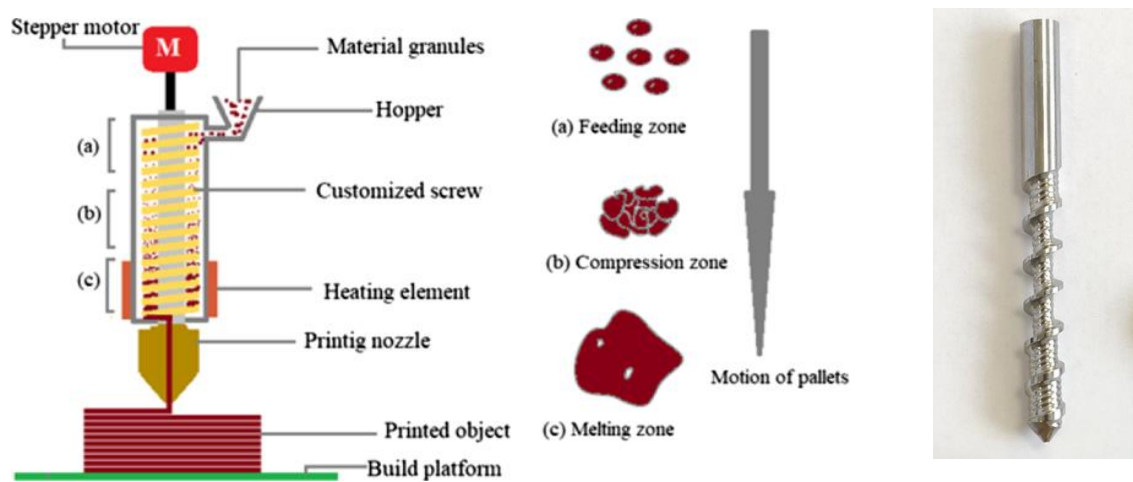


Figure 19 : Schéma d'extrusion à vis (à gauche) [83] ; Exemple de vis sans fin (à droite)

Deux entreprises ont mis au point des dispositifs à vis pour la fabrication de petites pièces et toutes deux commercialisent actuellement leurs machines : AIM3D GmbH (Allemagne) et Pollen AM Inc. (France). Cette technologie est encore peu répandue, comme en témoigne la revue de Suwanpreecha *et al.* [68], qui fait état d'un nombre limité d'études associées à cette méthode. Quelques chercheurs ont toutefois développé des systèmes en interne, comme Lieberwirth *et al.* [71], Valkenaers *et al.* [84] ou encore Martin *et al.* [1, 2].

En plus des avantages déjà mentionnés, l'un des principaux atouts de la technologie d'extrusion à vis réside dans sa large gamme de matériaux disponibles, qui couvre pratiquement tout le catalogue des matériaux utilisés dans la fabrication par MIM. En outre, les granulés sont moins coûteux que les filaments.

Cependant, les feedstocks destinés au MIM ne sont pas spécifiquement formulés pour l'impression 3D, ce qui peut poser des défis lors de l'impression. Par exemple, leur forte viscosité peut entraîner des problèmes d'adhérence inter-couches, nécessitant souvent d'augmenter le débit en sortie de buse. Cette augmentation de débit peut toutefois compromettre la tolérance dimensionnelle des pièces. En outre, le

contrôle précis de l'écoulement de matière est difficile en raison de l'interdépendance des paramètres impliqués (température, vitesse d'extrusion, etc.). De plus, les logiciels de *slicing* disponibles sont généralement conçus pour les filaments, ce qui limite la précision du contrôle de débit. Par conséquent, l'extrusion à vis peut parfois produire des pièces avec une surface moins lisse et moins précise que l'extrusion filament en raison des variations de débit [1]. Ces défis supplémentaires nécessitent donc une optimisation minutieuse des paramètres du processus pour garantir la qualité et la précision des pièces fabriquées.

III. Déliantage et frittage

Les pièces vertes produites en MIM ou impression 3D nécessitent des étapes de déliantage et de frittage, qui sont deux étapes cruciales dans l'obtention des pièces finales. Le déliantage élimine le liant utilisé pour maintenir les particules métalliques ensemble, préparant ainsi la pièce pour le frittage. Cette étape peut impliquer des processus thermiques, chimiques ou une combinaison des deux pour assurer une élimination complète et uniforme du liant. Une fois le déliantage terminé, la pièce est fragile et poreuse et nécessite donc d'être densifiée par frittage.

III.1. Déliantage

Pour rappel, les liants sont composés, pour la plupart, d'un liant primaire soluble dans un solvant et d'un liant secondaire non soluble. La première étape consiste donc à immerger les pièces dans le solvant cible. Cette méthode permet de créer des pores et des canaux, comme illustré dans la Figure 20, qui facilite l'élimination ultérieure du liant secondaire sous forme de gaz.

Il existe plusieurs types de déliantage par solvant [53] :

- Par **extraction** : Les pièces sont plongées dans un liquide qui solubilise au moins l'un des éléments constitutifs du liant.
- Par utilisation d'un **fluide supercritique** : Même principe que l'extraction mais dans des conditions supercritiques (pression, température).
- **Catalytique** : En présence d'un catalyseur, les pièces vertes sont chauffées pour décomposer le liant en de petites molécules volatiles, généralement des monomères.

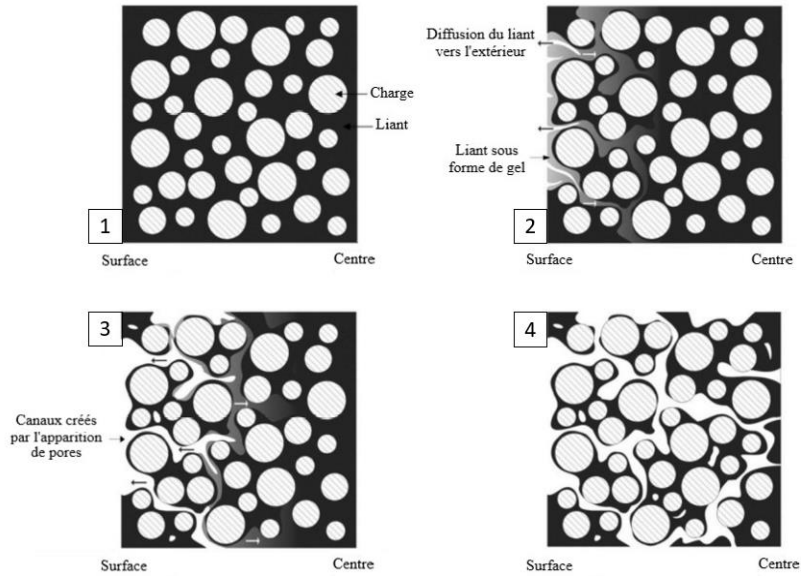


Figure 20 : Principe du déliantage chimique [85]

Le liant secondaire est ensuite éliminé par dégradation thermique. Ce processus implique un chauffage progressif et un maintien des pièces à des températures spécifiques jusqu'à l'élimination complète de tous les liants. Le choix des températures de traitement est basé sur la ou les températures auxquelles le(s) liant(s) se dégrade(nt), pouvant être déterminées par le biais d'une analyse thermogravimétrique (ATG⁴). Dans le cas où le liant est constitué de plusieurs polymères, il est nécessaire de réaliser plusieurs paliers, correspondant aux températures de décomposition des différents composants. Lors de l'augmentation progressive de la température, les chaînes polymériques commencent à se décomposer. Cette décomposition thermique peut produire des fragments plus petits comme des monomères, des hydrocarbures et des gaz comme le dioxyde de carbone (CO₂) et l'eau (H₂O) [86].

Le déliantage thermique est une étape critique en raison du temps nécessaire pour dégrader les liants sans introduire de défauts tels que l'apparition de bulles, des déformations ou des gonflements (Figure 21).



Figure 21 : Exemple de bulles en surface (à gauche) ; Exemple de déformation et de gonflement (à droite) [87]

⁴ L'ATG est une technique de caractérisation permettant de mesurer les changements de masse d'un échantillon en fonction de la température.

À l'issue du déliantage thermique, de minuscules liaisons de diffusion se sont formés entre les particules de poudre métallique, augmentant le frottement inter-particulaire et contribuant à maintenir la forme donnée à la pièce par moulage par injection ou par impression [54]. Les pièces déliantées sont donc extrêmement friables. Afin de limiter la manipulation des composants déliantés, le déliantage thermique et le frittage peuvent être réalisés à la suite en utilisant un unique cycle thermique. Cela permet également de diminuer la consommation d'énergie et de réduire le temps nécessaire au procédé.

III.2. Frittage

Après avoir achevé la phase de déliantage, la pièce est constituée d'un amas de poudres faiblement liées [88]. Elle doit donc subir un processus de frittage afin d'assurer une cohésion entre les particules et d'obtenir une pièce dense. L'objectif est d'éliminer tout ou partie de la porosité, permettant ainsi d'atteindre les caractéristiques fonctionnelles et mécaniques recherchées.

III.2.1. Principe

Le frittage est un processus physico-chimique qui se base sur la création de liaisons entre les particules de poudre par **diffusion atomique** sous l'action de contraintes superficielles et de la chaleur. Lorsqu'ils sont chauffés à une température suffisamment élevée, les grains de poudre se lient les uns aux autres par transport de masse [53, 89]. Ce transport est initié aux points de contact entre les particules de poudre et cela conduit à la formation et à la croissance de cous de frittage (*neck* en anglais) comme illustré à la Figure 22.

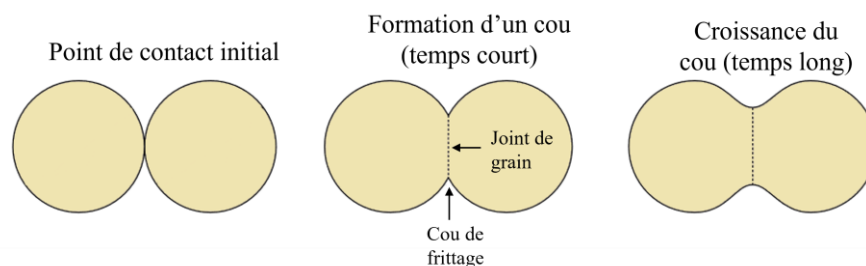


Figure 22 : Formation des cous de frittage

Cette formation de cou se fait principalement par diffusion de volume, de surface et diffusion aux joints de grains (Figure 23). Cette redistribution de la matière est liée à la minimisation de l'énergie de surface du système global. En effet, l'énergie des joints de grains étant plus faible que celle des interfaces solide-gaz, le système tend à éliminer ces dernières au profit des joints de grains [89].

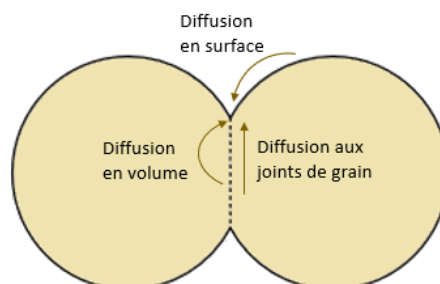


Figure 23 : Transport de matière par diffusion

Dans la phase ultime du frittage, les espaces poreux se transforment en pores isolés. Ces pores peuvent subsister le long des joints de grains, comme illustré en Figure 24, et disparaissent, théoriquement, après un traitement thermique prolongé.

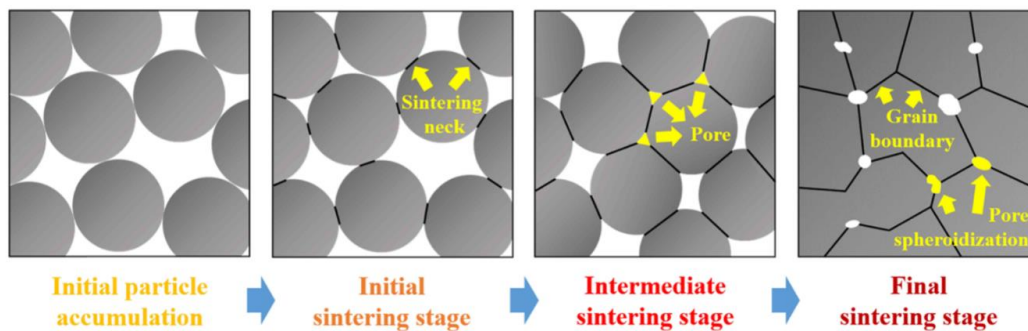


Figure 24 : Différentes étapes du frittage [78]

A titre d'illustration, Thompson *et al.* [90] ont capturé des images de leurs échantillons en AISI 316L à diverses étapes du processus de frittage, correspondant à différentes températures (Figure 25). La dernière image met en évidence l'émergence des cous de frittage.

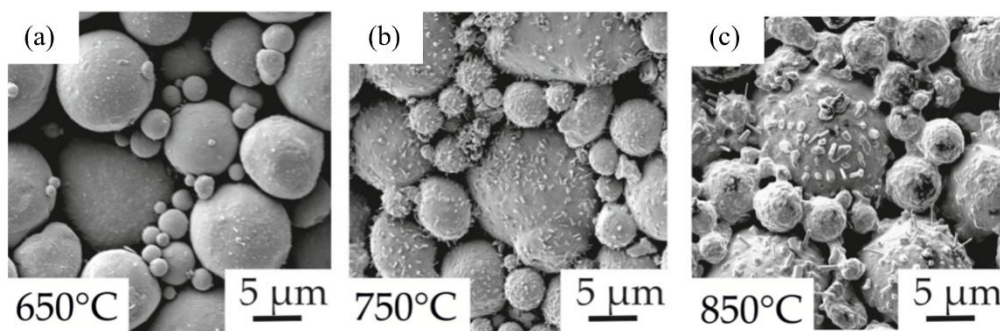
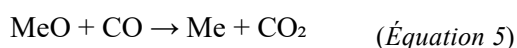
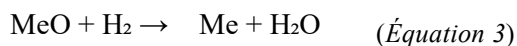


Figure 25 : Evolution de poudres d'acier inoxydable 316L lors du frittage [90]

Les températures nécessaires au frittage sont proches de la température de fusion du matériau cible car il s'agit d'un frittage à l'état solide, mais ne doivent pas la dépasser afin de maintenir la structure de la pièce. Le frittage des métaux se fait généralement sous **atmosphère réductrice** ou sous **atmosphère inerte** afin d'éviter l'oxydation. Le gaz réducteur le plus fréquemment employé est l'hydrogène, entraînant les réactions suivantes, où Me représente un atome de métal [91] :



III.2.2. Retrait

Un phénomène important à prendre en compte dans les processus impliquant un frittage est le **retrait** (Figure 26). Il désigne la réduction de taille subie par une pièce lors de sa transition de l'état non fritté à

l'état fritté. Il peut être influencé par plusieurs facteurs, notamment la composition des matériaux utilisés, la granulométrie de la poudre, la température et la durée du processus.



Figure 26 : Illustration du retrait (à gauche, pièce verte ; à droite, pièce frittée)

Le retrait peut se produire de manière isotrope, ce qui signifie que la pièce se rétrécit uniformément dans toutes les directions, ou de manière anisotrope, où le retrait peut varier en fonction de l'orientation des particules ou de la géométrie de la pièce. Par exemple, le retrait en MIM est généralement isotrope, allant de 15 à 20% alors qu'en impression 3D MIM-like, il est anisotrope en raison du dépôt couche par couche.

Les fabricants doivent tenir compte de ce phénomène lors de la conception des pièces pour garantir des dimensions finales conformes aux spécifications requises. Des techniques, telles que la compensation du retrait dans la conception des pièces, peuvent être utilisées pour anticiper les pertes de volume et assurer des tolérances dimensionnelles.

IV. Propriétés de l'acier inoxydable 316L

IV.1. Densité

La densité des pièces en AISI 316L est étroitement liée au procédé de fabrication utilisé, qui influence directement le niveau de porosité. Les méthodes de métallurgie traditionnelle produisent généralement des pièces avec une porosité minimale, atteignant une densité d'environ 8 g/cm³ [92, 93]. Le procédé MIM, lui, conduit à des densités légèrement inférieures, typiquement autour de 7,9 g/cm³, en raison des porosités introduites lors du frittage, comme illustré dans la dernière étape de la Figure 24. Les procédés de FAM directe peuvent également atteindre des densités proches de 7,9 g/cm³, voire 8 g/cm³ lorsque les paramètres sont optimisés [94–96]. Toutefois, les procédés de FAM indirecte aboutissent à des densités moindres, généralement comprises entre 7,5 et 7,9 g/cm³, pour des températures de frittage d'au moins 1350°C [94, 97–99]. Cette variabilité sera discutée plus en détail dans le chapitre 3. Dans tous les cas, la densité finale des pièces dépend des paramètres de fabrication et des post-traitements appliqués et peut avoir un impact sur les propriétés mécaniques.

IV.2. Propriétés en traction

Les essais de traction statiques sont parmi les essais mécaniques les plus couramment utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques en raison de leur simplicité de mise en œuvre et de leur facilité d'interprétation. Ils permettent d'accéder à de nombreuses grandeurs d'intérêt :

- **Le module de Young (E)**, qui caractérise la rigidité du matériau.
- **La limite d'élasticité (Re)**, qui est la contrainte maximale qu'un matériau peut supporter sans déformation plastique permanente. La **limite conventionnelle d'élasticité à 0,2% (Rp0,2)** est également couramment étudiée pour les matériaux sans limite d'élasticité clairement définie, comme l'AISI 316L. Il s'agit de la contrainte à laquelle une déformation plastique permanente de 0,2% se produit.
- **La résistance à la rupture (Rm)**, qui est la contrainte maximale que l'éprouvette peut supporter avant de rompre.
- **L'allongement à rupture (A)**, qui mesure la capacité d'un matériau à s'allonger avant de rompre.

Le Tableau 4 présente de manière non exhaustive les propriétés mécaniques de l'AISI 316L issues de la littérature et des normes. Il est important de noter que les auteurs ne précisent pas toujours si la limite d'élasticité mentionnée dans leur article est la limite conventionnelle ou non. Dans ce tableau, lorsque les auteurs ont spécifié que la limite était conventionnelle, elle a été classée sous Rp0,2 ; sinon, elle a été classée sous Re.

IV.2.1. Résistance mécanique et ductilité

La Figure 27 compare la résistance mécanique et l'allongement à rupture pour différents procédés de fabrication ; les données provenant du Tableau 4. Les procédés traditionnels (forge, moulage, laminage) offrent une excellente combinaison de haute résistance et de grande déformation, indiquant une ductilité et une ténacité importante. Le procédé MIM bien que présentant des valeurs de résistance inférieures ou égales à celles des procédés traditionnels, se distingue par un allongement à rupture particulièrement élevé.

Tableau 4 : Propriétés mécaniques en fonction des procédés de fabrication

Procédé	Source	Rm (MPa)	A (%)	E (GPa)	Re (MPa)	Rp0,2 (MPa)
Laminage	[100]	565	65	-	-	220
	[92]	700	30	164	206	-
	[101]	482	40		172	
	[102]	-	-	195	-	-
Moulage	[103]	552	55		262	
	[104]	620	50		310	
	[105]	517	39	-	172	-
Forge	[103]	580	30		275	
	[105]	580	50	-	290	-
	[93]	485	40	200	170	-
	[106]	620	53	-	327	-
MIM	[23]	520	50	190	175	-
	[107]	508	62	-	-	167
	[108]	587	61	-	-	-
	[109]	555	83	-	194	-
	[110]	539	92	-	200	-
	[111]	527	77		174	-
L-PBF	[94]	648	30	320	-	541
	[95]	600	28	-	-	539
	[112]	620	43	-	-	505
	[113]	685	37	-	-	-
	[114]	580	57	-	-	-
	[115]	524	22	196	385	-
	[116]	717	28	180	496	-
EB - PBF	[96]	509	59	-	253	-
	[106]	800	36	-	577	-
DED	[117]	660	40	-	415	-
	[118]	665	38	-	473	-
	[119]	900	7	199	-	580
	[120]	650	42	-	-	430
BJ	[121]	511	58	-	170	-
	[98]	540	55		176	-
	[122]	517	43	-	214	-
	[123]	473	40	-	182	-
MEAM	[76]	561	64	-	-	-
	[94]	465	31	152	-	162
	[73]	441	30	-	-	194
	[97]	522	38	185	-	160
	[112]	561	53	-	-	251
	[124]	499	37	154	187	-
	[113]	522	50	-	-	-
	[99]	524	96	196	-	166
[125]	404	36	116	-	152	

Les procédés de FAM directe couvrent une large gamme de valeurs de résistance à la traction, atteignant parfois des niveaux très élevés (jusqu'à 900 MPa). Les procédés de FAM indirecte montrent des valeurs de résistance à la traction généralement inférieures à celles de la FAM directe et des procédés traditionnels. Toutefois, leur allongement à rupture est globalement comparable à celui des procédés de FAM directe et conventionnels, pouvant atteindre des valeurs similaires à celles du MIM lorsque les paramètres de fabrication sont bien optimisés.

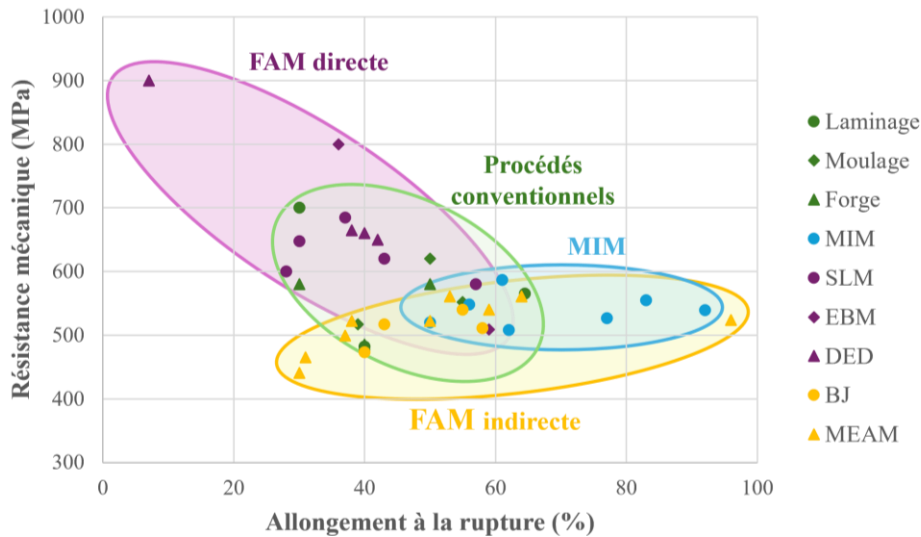


Figure 27 : Résistance mécanique en fonction de l'allongement à rupture

En ce qui concerne spécifiquement les procédés d'extrusion, Suwanprecha *et al.* [68] ont répertorié toutes les études jusqu'à 2022 utilisant le MEAM à vis, à filament ou à piston pour divers matériaux, dont l'AISI 316L. La Figure 28 présente les résultats de ces études sur l'allongement à rupture et la résistance mécanique, comparés à la norme MIM MPIF 35 ; chaque point correspondant à une étude. L'augmentation de la résistance semble globalement corrélée à l'augmentation de l'allongement à rupture, les deux augmentations étant liées à une densité accrue. La Figure 28 met également en évidence qu'aucune étude utilisant une vis (SB pour *Screw-Based*) n'a été recensée pour les propriétés mécaniques de l'AISI 316L, et seulement trois études utilisant un piston (PB pour *Plunger-Based*) ont été trouvées, contre plusieurs dizaines utilisant le filament (FB pour *Filament-Based*).

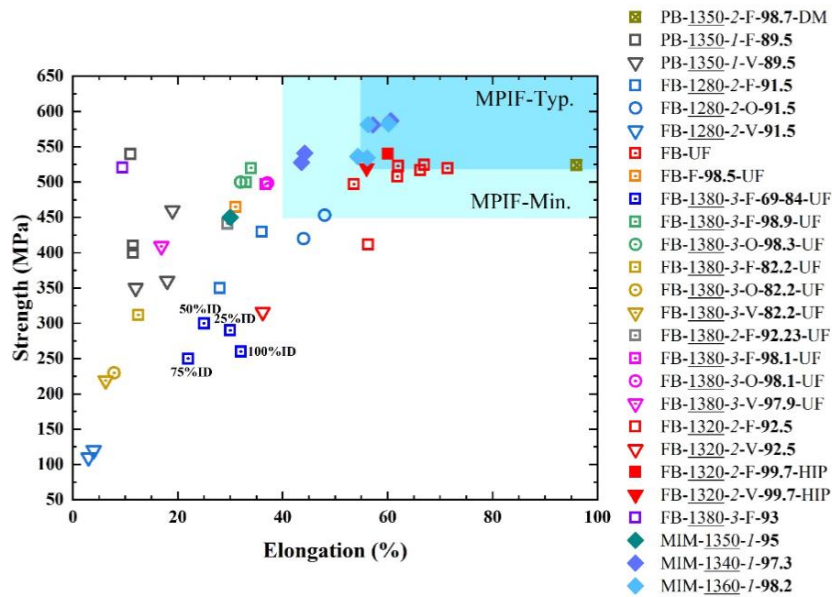


Figure 28 : Carte de la résistance mécanique en fonction de l'allongement à la rupture de l'AISI 316L fabriqué par le procédé MEAM avec différentes conditions par rapport à la norme 35 du MPIF pour les matériaux MIM. Le chiffre souligné représente la température de frittage ($^{\circ}\text{C}$) et le chiffre en italique représente le temps de frittage (h). F, O et V représentent les orientations d'impression à plat, sur le bord et verticale, respectivement, et le chiffre en gras représente la densité frittée relative (%). ###% ID est la densité de remplissage. DM signifie que le système utilisé est celui de Desktop Metal. Données issues de [73, 75, 77, 78, 94, 97, 99, 108, 124, 126–131]

IV.2.2. Rigidité

Les valeurs de module de Young sont assez peu souvent reportées dans la littérature, comme le montre le Tableau 4. Cependant, il est communément admis que le module de Young de l'AISI 316L produit par des procédés conventionnels, avec un taux de porosité quasi nul, est d'environ 200 GPa.

Les valeurs typiques pour le procédé MIM sont légèrement inférieures, autour de 190 GPa. Pour les procédés de FAM directe, les modules varient généralement entre 180 et 200 GPa. Une étude notable rapporte un module de 320 GPa [94], bien que cette valeur exceptionnellement élevée n'ait pas été expliquée, ce qui pourrait indiquer une erreur de mesure ou de transcription.

Enfin, les valeurs de module de Young des éprouvettes produites par FAM indirecte peuvent être relativement basses, souvent autour des 152 GPa, mais certaines études montrent des valeurs allant jusqu'à 196 GPa.

Les valeurs de modules de Young dépendent fortement du taux de porosité. Ceci explique qu'elles soient plus faibles pour les procédés de FAM indirecte impliquant du frittage, par rapport aux autres procédés [132].

IV.2.3. Limite d'élasticité

La limite d'élasticité est un paramètre crucial en ingénierie, car elle est souvent utilisée comme critère principal pour le dimensionnement des pièces. Dans le cas de l'AISI 316L, les procédés conventionnels de fabrication génèrent des limites élastiques typiquement comprises entre 200 et 300 MPa. En revanche,

le moulage par injection de métal (MIM) produit des pièces avec une limite d'élasticité plus modeste, généralement entre 175 et 200 MPa. Les procédés de FAM directe se distinguent par leurs performances exceptionnelles, avec des limites élastiques pouvant atteindre près de 600 MPa dans certains cas. Enfin, les procédés de FAM indirecte conduisent aux limites élastiques les plus basses, situées entre environ 170 et 215 MPa.

La taille des grains joue un rôle crucial dans la détermination de la limite d'élasticité, cette dernière étant favorisée par des petits grains. Une taille réduite des grains signifie une plus grande densité de joints de grains, qui agissent comme des obstacles aux dislocations mobiles lorsqu'une contrainte est appliquée. L'augmentation de la résistance due à une réduction de la taille des grains est souvent décrite par la relation de Hall-Petch [133, 134]. Cette relation stipule que la limite d'élasticité d'un matériau polycristallin augmente avec l'inverse de la racine carrée de la taille moyenne des grains. Les procédés de FAM directe tendent à produire une microstructure plus fine par rapport aux autres méthodes, ce qui contribue à expliquer les limites élastiques particulièrement élevées.

IV.3. Dureté

La dureté d'un matériau dépend de sa composition chimique et pour une même composition chimique, elle dépend de la taille des grains, de la densité de dislocations, de la microstructure et des potentiels précipités. Par exemple, la ferrite est plus dure que l'austénite [135, 136] donc si elle est présente en grande quantité, elle peut contribuer à un durcissement global. La dureté de l'AISI 316L dépend ainsi de divers facteurs, tels que le processus spécifique de fabrication, les paramètres du processus, les techniques de post-traitement et la qualité de la pièce finale.

L'AISI 316L produit par des procédés conventionnels présente généralement des duretés d'environ 150 HV [92, 105, 106]. Les fournisseurs de matière première de MIM ou de FAM indirecte garantissent généralement une dureté supérieure à 120 HV [137, 138], avec des duretés typiques autour de 150 HV [73, 98]. Les procédés impliquant du frittage introduisant souvent des défauts tels que des oxydes, la dureté locale peut varier [76].

L'AISI 316L produit par FAM directe tend à présenter une dureté comparable ou supérieure à celle des méthodes conventionnelles, typiquement autour de 230-240 HV [12, 139]. Cette différence est expliquée par la fine taille des grains générés dans le cas de la FAM directe. En effet, la taille des grains influe sur la dureté du matériau selon le mécanisme de la *loi de Hall-Petch*, de la même manière que pour la limite d'élasticité puisque la dureté est la résistance locale du matériau à la déformation permanente.

Enfin, les opérations de grenailage, de polissage ou de travail à froid peuvent induire des contraintes résiduelles et un écrouissage, augmentant la dureté de la surface.

IV.4. Résistance à la corrosion

L'AISI 316L est un acier utilisé pour son excellente résistance à la corrosion. Les procédés conventionnels offrent généralement une résistance optimale à la corrosion grâce à la maîtrise de la

composition chimique mais aussi de la densité élevée et de la microstructure contrôlée des pièces produites. En revanche, les procédés de FAM introduisent des défis intrinsèques à la technologie, ce qui peut entraîner une dégradation de la résistance à la corrosion [140, 141].

Un des défis importants des technologies de FAM directe concerne la pression de vapeur⁵ des éléments métalliques impliqués. Cette pression de vapeur influence la vaporisation sélective de certains éléments, comme le chrome et le manganèse dans l'AISI 316L. En raison de cette vaporisation, il y a une différence de composition chimique entre la surface de la pièce produite et son intérieur, et ces compositions sont aussi différentes de celles de la poudre métallique initiale utilisée pour la fabrication. Cela signifie que les propriétés chimiques et physiques de la pièce finie peuvent varier en fonction de la position dans la pièce et ne pas correspondre exactement aux propriétés attendues de la poudre de départ [12]. En outre, ces technologies génèrent souvent beaucoup de contraintes résiduelles, qui peuvent mener à un abaissement de la résistance à la corrosion [142].

Pour les procédés impliquant du frittage, les problèmes liés à la technologie sont multiples. Dans un premier temps, si la technologie implique un déliantage, il y a un risque de contamination au carbone, qui amène à une perte de résistance à la corrosion [130]. Ensuite, les oxydes et carbures qui se forment pendant le refroidissement peuvent mener à l'appauvrissement local en chrome, ce qui, comme expliqué précédemment, peut amener à une sensibilité à la corrosion localisée. Enfin, la résistance à la corrosion dépend fortement de la densité et donc du taux de porosité des pièces, qui tend à être plus élevé en FA [143].

Jansa *et al.* [125] ont montré que le potentiel de corrosion⁶ et la vitesse de corrosion de pièces fabriquées en AISI 316L par FFFm sont comparables à l'AISI 316L forgé. Toutefois, ils ont constaté que la couche de passivation était moins stable. Les auteurs affirment donc qu'un traitement de surface supplémentaire des composants imprimés, s'ils sont utilisés dans un environnement agressif, devrait être envisagé.

Les procédés indirects, tels que le MIM, l'extrusion et le Binder Jetting, permettent de fabriquer des pièces présentant une bonne résistance à la corrosion. Cependant, ils exigent un contrôle rigoureux des paramètres de fabrication afin de limiter les défauts susceptibles de compromettre cette résistance. Par ailleurs, ces procédés peuvent également nécessiter des traitements de surface supplémentaires pour optimiser les performances des pièces.

V. Aspect économique

La section précédente a démontré que les procédés de FAM indirecte conduisent généralement à des propriétés mécaniques inférieures par rapport aux procédés de FAM directe. Cela peut soulever des interrogations quant à la pertinence de poursuivre le développement de procédés offrant des

⁵ La pression de vapeur d'un élément est la pression à laquelle cet élément passe de l'état liquide à l'état gazeux.

⁶ Le potentiel de corrosion est une mesure du potentiel électrique d'un métal par rapport à une électrode de référence dans un électrolyte, indiquant la tendance du métal à se corroder dans cet environnement.

performances mécaniques réduites. L'intérêt se manifeste réside dans deux aspects principaux : d'une part, la dimension sécuritaire, notamment par l'élimination des poudres libres, et d'autre part, les avantages économiques significatifs. (Tableau 5).

Tableau 5 : Comparaison qualitative des coûts de divers procédés de FAM [144, 145]

	PBF	DED	BJ	MIM	MEAM	
					FFFm	MIM-like
Investissements initiaux	€€€€	€€€€	€€€	€€€	€	€
Coût matière	€€€€	€€€	€€€€	€	€	€
Diversité des matériaux	++	++	++	+++	+	+++

Les machines d'impression MEAM sont non seulement beaucoup moins complexes, mais aussi nettement moins coûteuses que celles utilisées pour la fabrication additive directe, mais également que le Binder Jetting. Cela se traduit par des économies non seulement sur l'achat initial de l'équipement, mais également sur les coûts de maintenance et d'exploitation. À titre de comparaison, le prix d'une imprimante LBF ou de BJ (incluant l'équipement de déliantage et de frittage) peut facilement atteindre plusieurs centaines de milliers d'euros, voire dépasser un million d'euros [138]. En revanche, une imprimante MEAM, souvent des imprimantes FDM de bureau, coûte seulement quelques milliers d'euros, voire quelques centaines d'euros pour les modèles à filaments bon marché, le plus gros investissement résidant dans le four de déliantage thermique et frittage.

Les pièces produites par MEAM peuvent être sous-traitées à des entreprises disposant de fours dédiés, initialement conçus pour le MIM. Ces fours, bien que valant aussi quelques centaines de milliers d'euros, permettent de fritter les pièces sans devoir investir. Cependant, il est possible d'utiliser des fours de laboratoire moins onéreux, coûtant seulement quelques milliers ou dizaines de milliers d'euros. Le projet INTERREG FabricAr3v a même démontré qu'il était possible de produire des pièces pour un coût total inférieur à 10 000 €, avec une imprimante à 4 000 € et un four à 5 000 €. Cependant, à ce niveau de coût, l'utilisation d'hydrogène pour le frittage est exclue. En effet, l'hydrogène, extrêmement inflammable, nécessite des infrastructures de protection coûteuses pour détecter et prévenir d'éventuelles fuites.

Enfin, l'utilisation de granulés par rapport aux filaments permet de réduire encore davantage les coûts, car, comme mentionné précédemment, les filaments chargés sont difficiles à fabriquer et donc plus coûteux. De plus, les granulés offrent une plus grande diversité de matériaux, élargissant ainsi les options pour les applications spécifiques.

VI. Synthèse

Cette revue de la littérature a mis en évidence que l'AISI 316L est un acier largement utilisé dans divers domaines en raison de sa résistance à la corrosion, de sa biocompatibilité, et de ses propriétés mécaniques robustes. Bien qu'il s'agisse principalement d'un acier austénitique, sa microstructure peut

également contenir d'autres phases, comme la ferrite, ainsi que divers constituants qui peuvent influencer ses propriétés et performances. La microstructure obtenue est conditionnée par les paramètres du procédé de fabrication. Si ces derniers sont bien maîtrisés dans les procédés traditionnels comme le moulage ou le forgeage, il en est autrement pour les techniques innovantes de fabrication additive. En effet, le niveau de contrôle atteint dans les procédés conventionnels reste à développer dans la fabrication additive, afin d'éviter une altération des propriétés mécaniques et de la résistance à la corrosion.

Les procédés directs de fabrication sur lit de poudre, qui sont les procédés les plus étudiés, se heurtent à des barrières économiques et sécuritaires, notamment en raison du coût élevé des équipements et des risques liés à la manipulation des poudres libres. Dans ce contexte, les procédés indirects de fabrication additive MEAM apparaissent comme des candidats potentiels pour surmonter ces obstacles et favoriser une démocratisation plus large de la fabrication additive métallique. En outre, il est particulièrement intéressant d'étudier les procédés MIM-like par rapport à la FFFm, car ils offrent un accès à une plus grande variété de matériaux, tout en utilisant des granulés moins coûteux. Cependant, cet état de l'art a révélé un manque notable d'études portant sur les procédés MIM-like, la majorité des recherches étant concentrées sur les procédés FFFm. Enfin, le large avantage économique offert par les imprimantes MEAM ne doit pas être compromis par les coûts élevés du frittage, les fours représentant un investissement beaucoup plus important que les machines d'impression elles-mêmes.

En réponse à ces défis, les deux chapitres suivants ont pour but d'explorer des solutions de frittage économiques pour des pièces imprimées en AISI 316L via un procédé MIM-like. Pour cela, des fours de laboratoires seront utilisés. La recherche se concentrera sur l'utilisation de différentes atmosphères de frittage afin de remplacer l'hydrogène qui nécessite des infrastructures de protection coûteuses. L'objectif est double : d'une part, caractériser les microstructures et évaluer les performances des pièces produites par le procédé MIM-like en comparaison avec celles issues du MIM traditionnel et d'autres procédés d'extrusion ; d'autre part, déterminer si une modification des conditions de frittage peut encore garantir des propriétés mécaniques satisfaisantes.

Chapitre 2 : Influence des paramètres du procédé à l'échelle de la microstructure

Dans le contexte d'un développement d'une stratégie de frittage économique, le présent chapitre vise à étudier l'influence des conditions de frittage à l'échelle de la microstructure. Une comparaison sera effectuée entre les frittages « économiques » dans les fours de laboratoire et un frittage en condition industrielle. Tout d'abord, une brève revue de la littérature sera présentée, suivie de la méthodologie employée. Ensuite, l'influence des conditions de frittage sur les taux de carbone, d'azote et d'oxygène des échantillons sera examinée. Par la suite, l'impact des conditions de frittage sur les microstructures sera analysé en détail. Enfin, la dernière partie abordera l'effet des conditions de frittage sur la dureté du matériau à l'échelle de la microstructure.

I. État de l'art

I.1. Influence des conditions de frittage sur les taux de carbone et d'azote

La teneur en carbone et en azote des alliages d'acier inoxydable joue un rôle crucial dans l'évolution de la microstructure lors du frittage, notamment car ce sont de puissants stabilisateurs de la phase austénitique. La teneur en carbone résiduel peut significativement influencer les transformations de phase pendant le frittage, affectant également le processus de densification, soit en le favorisant, soit en l'inhibant [146]. Le taux d'azote peut être modifié avec l'utilisation d'atmosphère contenant de l'azote et celui de carbone peut varier à cause de divers facteurs :

- L'utilisation de liants thermoplastiques pour produire des composants verts peut entraîner une **contamination par le carbone** et par conséquent augmenter la concentration de carbone dans l'acier après frittage [147].
- Une **décarburation** peut se produire lors de frittage sous H₂ en raison de la réaction du carbone avec l'hydrogène [76], d'une quantité excessive d'humidité (H₂O) dans l'atmosphère ou de la présence d'impuretés d'oxygène dans la poudre. Ce processus de décarburation peut également entraîner des hétérogénéités dans la microstructure [146].

Mao *et al.* [123] et Wang *et al.* [28] ont étudié l'influence de la température de frittage sur les taux de carbone après frittage pour de l'AISI 316L, respectivement en BJ et en FFFm. Les résultats ont montré que les teneurs en carbone des pièces frittées diminuaient progressivement à mesure que la température de frittage passait de 1300°C à 1380°C. Dans l'étude de Mao *et al.* [123], ils expliquent que le taux de carbone diminue en raison de l'accélération de la réaction de réduction carbothermique⁷ avec l'augmentation de la température de frittage. Toutefois, à 1400°C, les chercheurs ont obtenu une concentration massique de carbone de 0,32 %, beaucoup plus élevée qu'après le frittage à 1380°C. Ils

⁷ La réduction carbothermique est un procédé métallurgique où un oxyde métallique est réduit à l'aide de carbone à haute température. Par exemple : $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 3\text{C} \rightarrow 2\text{Fe} + 3\text{CO}$.

ont supposé que le taux de densification à cette température était excessivement rapide, fermant rapidement les pores à la surface. Par conséquent, le CO généré par la réaction de réduction carbothermique ne peut pas être libéré à temps, ce qui entraîne une teneur en carbone plus élevée. Wang *et al.* [28] ont montré, pour un frittage sous hydrogène, que la teneur en azote dans les échantillons ne variait pas en fonction de la température de frittage entre 1300°C et 1380°C.

Li *et al.* [148] ont étudié l'influence de l'atmosphère de frittage sur les taux de carbone et d'azote pour des pièces en AISI 316L produites par MIM. Les résultats sont exposés en Figure 29 et montre notamment que le taux de carbone est acceptable pour toutes les atmosphères étudiées, car inférieur ou égal à 0,03%. En outre lorsque les échantillons ont été frittés dans des atmosphères contenant du N₂, la teneur en azote des échantillons frittés augmente considérablement, ce qui indique que l'azote présent dans l'atmosphère diffuse dans l'acier.

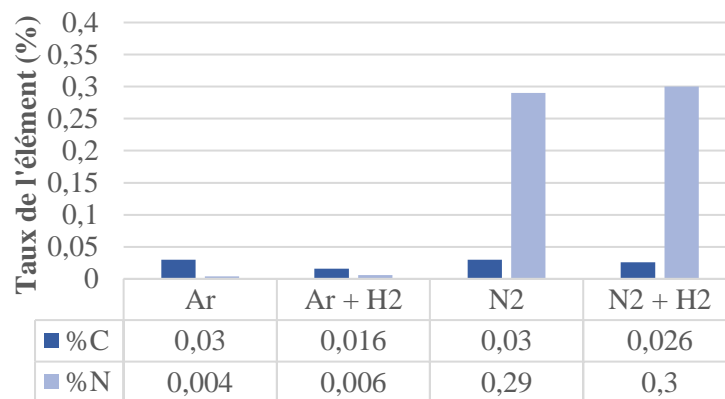


Figure 29 : Concentrations massiques en carbone et azote en fonction de l'atmosphère de frittage dans l'étude de Li *et al.* [148]

Krug *et al.* [149] ont également étudié l'influence de l'atmosphère de frittage sur les taux de carbone et d'azote, pour le même matériau et procédé, en fonction du type de four utilisé : l'un au molybdène et l'autre au graphite⁸ (Figure 30). Ils ont observé que la teneur en azote augmentait lors des frittages sous atmosphère azotée, mais diminuait lors des frittages sous argon et hydrogène par rapport à la concentration dans la poudre brute. Ces résultats indiquent que l'absorption et la désorption de l'azote sont possibles pendant le frittage. Lorsque la pression partielle d'azote est faible dans l'atmosphère de frittage, l'azote est désorbé des pièces injectées. En revanche, lorsque la pression partielle d'azote augmente, l'azote est absorbé. Ils ont également mis en évidence la décarburation des pièces, par rapport à la poudre initiale qui contenant 0,015% de carbone, sauf dans le cas de l'utilisation d'un mélange de 95%N₂ et 5%H₂ dans un four en graphite. Selon les auteurs, cette décarburation se produit par la réduction combinée des oxydes et des carbures, qui forment du monoxyde de carbone. Concernant l'enrichissement en carbone avec le mélange N₂/H₂, les auteurs n'ont pas fourni d'explication car ils excluent la possibilité d'un mauvais déliantage, contrairement à Raza *et al.* [150]. En effet, ces derniers

⁸ Les éléments chauffants et certaines parties structurales internes sont fabriqués en molybdène ou en graphite.

ont trouvé un taux de carbone bien supérieur à 0,03% lors de leurs frittages sous N₂, N₂ + H₂ et H₂ et attribuent cela à un déliantage thermique inapproprié.

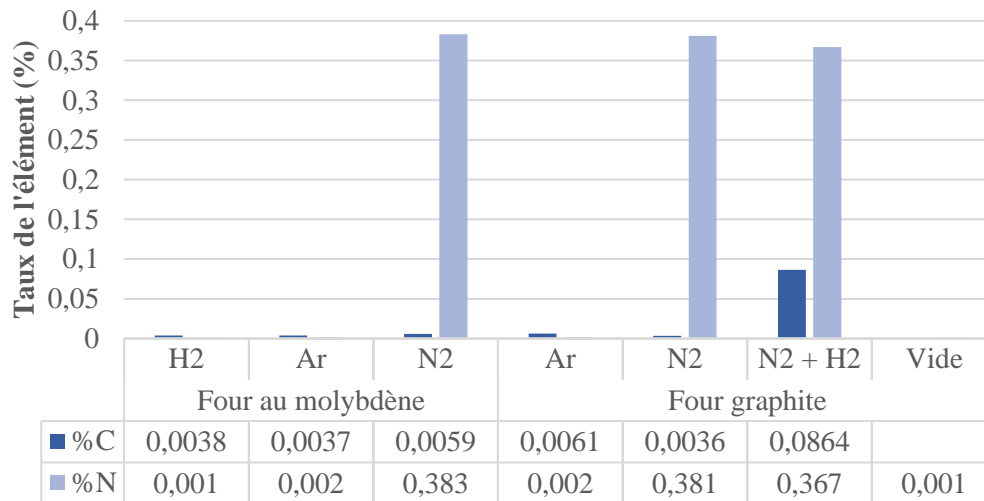


Figure 30: Concentrations massiques en carbone et azote en fonction de l'atmosphère de frittage et du four utilisé dans l'étude de Krug et al. [149]

I.2. Influence des conditions de frittage sur les constituants et les phases

Le Tableau 6 présente une liste non exhaustive des microstructures obtenues par un ensemble de chercheurs pour des procédés impliquant du frittage. Cet aperçu de la littérature met en évidence les points suivants concernant les atmosphères de frittage :

- **L'hydrogène** (H₂) permet d'obtenir une microstructure majoritairement austénitique, parfois avec une faible présence de ferrite. Utilisé pur ou en grande proportion, il semble éviter la formation d'oxyde.
- **Le vide** semble favoriser une structure majoritairement austénitique, parfois avec une faible présence de ferrite et d'intermétalliques.
- **L'argon** (Ar) produit des résultats similaires au vide, souvent associé à une présence minimale de ferrite et d'oxydes.
- **L'azote** (N₂), seul ou en mélange, peut mener à la formation de nitrures et n'empêche pas la formation d'oxydes mais semble limiter la formation de ferrite.

L'augmentation de la température de frittage semble mener à l'augmentation du taux de ferrite. De plus, un refroidissement lent semble favoriser la formation de constituants d'équilibre comme la ferrite et la phase sigma, tandis qu'un refroidissement rapide (60°C/min et plus) réduit la formation de phases indésirables comme la phase sigma et les oxydes. Ces résultats sont donc en accord avec le chapitre 1.

Tableau 6 : Phases et constituants de l'AISI 316L de différents procédés indirects (A = Austénite, F = Ferrite) en fonction des conditions de frittage (NP = non précisé)

Procédé	Source	Conditions de frittage				Post-traitement	Microstructure
		Temp. (°C)	Temps (h)	Atmosphère	Refroidissement		
Comp. de poudre	[19]	1250	2	Vide	20°C/min	-	A
				Ar		-	A
				N ₂		-	A + oxydes
	[17]	1250	0,5	75% H ₂ + 25% N ₂	NP	-	A + Cr ₂ N
			0,5	H ₂	NP	-	A
			2	Vide	NP	-	A
Binder Jetting	[151]	1250	2	H ₂	NP	-	97,7% A + 2,63% F
	[98]	1360	3	Vide (10 ⁻¹ mbar)	Vitesse initiale de 500 °C/min, sous N ₂	-	90% A + 10%F + oxydes
	[152]	1390	4	H ₂	NP	-	A + F + σ
		1390				HIP	A + F + carbures (Mo-Cr)
	[146]	1300	1	H ₂	30°C/min	-	A
		1370					A + 2,73%F
MIM	[109]	1360	1	Ar	NP	-	<1% F
		1380					4,5% F
		1390					8% F
	[110]	1320	2	Vide	NP	-	A
	[111]	1350	2	Ar	Refroidissement du four		A
	[107]	1360	0,5	Vide	NP		A + F + σ
MEAM	[76]	1200	3	95%Ar + 5%H ₂	~ 10°C/min	-	A + oxydes
		1250				-	A + oxydes
		1300				-	A + oxydes
		1350		-		A + F + σ + oxydes	
		1350		H ₂		-	A + F + σ
		1360				~ 60°C/min	-
	[99]	1350	2	Ar	~ 1°C/min	-	A + oxydes
	[153]	1320	2	Vide	Trempe à l'air	HIP	A + 5,3%F
	[28]	1300	3	H ₂	5°C/min	-	A
		1340				-	A + 0,2%F
		1380				-	A + 1,4%F
[128]	1380	3	H ₂	NP	-	A	

Pour compléter, Berginc *et al.* [107] ont fait une simulation via Thermo-Calc⁹ afin de prédire les phases à l'équilibre pour leur nuance d'AISI 316L. Ils prédisent l'apparition de ferrite δ au-dessus de 1209°C, de phase σ entre 500 et 740°C, de carbures M₂₃C₆ entre 500 et 874°C, de M₆C entre 708 et 724°C et de phase de Laves entre 500 et 709°C.

⁹ Thermo-Calc est un logiciel de thermodynamique numérique utilisé pour la simulation et l'analyse des matériaux.

I.3. Influence des conditions de frittage sur la morphologie et la taille des grains

En plus des phases et constituants, les conditions de frittage ont un impact significatif sur la morphologie et la taille des grains, des aspects cruciaux qui influent sur les propriétés mécaniques des pièces. Il est essentiel de contrôler la croissance des grains pour préserver ces propriétés. Généralement, une augmentation de la température et du temps de frittage favorise une croissance des grains.

Les grains des matériaux produits par les procédés de fusion sur lit de poudre sont généralement très fins et colonnaires, en raison des taux de refroidissement rapides et des cycles thermiques directionnels propres à ces techniques. Cependant, les procédés impliquant du frittage conduisent à des grains équiaxes. Le Tableau 7 répertorie de manière non exhaustive les tailles de grains selon la température, le temps et les atmosphères de frittage, soulignant ainsi l'impact de ces paramètres.

Tableau 7 : Taille de grains en fonction de la température et de l'atmosphère dans la littérature

Procédé	Source	Conditions de frittage			Taille moyenne des grains (μm)	
		Temps (h)	Température ($^{\circ}\text{C}$)	Atmosphère		
MIM	[148]	~ 1	1375	Ar	55,8	
				Ar + H ₂	52,1	
				N ₂ + H ₂	60,0 – 155,0	
				N ₂	21,3	
	[110]	2	1320	Vide	88,51	
	[154]	1	1350	H ₂	1100	12
					1320	45
					1350	63
					1350	77
					1350	90
BJ	[123]	3	1360	Vide	27,94	
					1380	43,44
					1400	198,37
MEAM	[90]	2	1360	Vide	500	
	[155]	3	1380	H ₂	40,5 ± 6,9	
	[128]	3	1380	H ₂	45	
	[99]	2	1350	Ar	40	
	[97]	3	1380	H ₂	25 ± 3	
	[124]	3	1380	H ₂	75 ± 20	
	[28]	3	1300	H ₂	17,82	
					1340	37,47
					1380	40,39
[156]	1	1350	Ar	100		

Pour des frittages sous argon, vide ou hydrogène, avec des temps de frittage allant de 1 à 4 heures et des températures comprises entre 1320 et 1380 $^{\circ}\text{C}$, la taille moyenne des grains semble varier de 25 à 100 μm , bien que la plupart des études rapportent des tailles de grains autour de 40-50 μm . Une étude notable, celle de Thompson *et al.* [90] rapporte une taille moyenne des grains de 500 μm , bien supérieure aux tailles habituelles. Cela peut probablement s'expliquer par l'utilisation de rampes de frittage très

lentes, de quelques dixièmes de degrés Celsius par minute contre plusieurs degrés habituellement. En outre, Mao *et al.* [123] ont également noté une augmentation significative de la taille des grains, passant de 43 μm à environ 200 μm , en augmentant la température de 1380°C à 1400°C. Enfin, Li *et al.* [148] ont reporté des grains de tailles et formes « anormales » dans les conditions de frittage sous N_2 et $\text{N}_2 + \text{H}_2$. Lors du frittage dans une atmosphère contenant du N_2 , des oxydes et nitrures de chrome se forment facilement. Ces constituants se fixent aux bords des grains, empêchant leur croissance, ce qui aboutit à des grains frittés de plus petite taille [148, 157]. Dans une atmosphère de frittage $\text{N}_2 + \text{H}_2$, l'hydrogène ne réduit que certains oxydes et nitrures, entraînant des tailles de grains différentes entre les parties réduites et non réduites de l'échantillon.

I.4. Conclusion

La teneur en carbone et en azote des alliages d'acier inoxydable AISI 316L joue un rôle crucial dans l'évolution de la microstructure lors du frittage. Ces éléments sont de puissants stabilisateurs de la phase austénitique, et leur présence influence les transformations de phases. L'utilisation de liants thermoplastiques pour produire des composants verts peut entraîner une contamination par le carbone, ce qui affecte les transformations de phases pendant le frittage. En outre, les études existantes montrent que la température, le temps et l'atmosphère de frittage ont un impact significatif sur la microstructure et la composition chimique des pièces frittées. Ces observations mettent ainsi en évidence l'importance de contrôler précisément les conditions de frittage pour obtenir les propriétés souhaitées des matériaux. En outre, la plupart des études citées ci-dessus ont été réalisées dans des fours industriels, tandis que peu d'études utilisent des fours de laboratoire. Des fours de laboratoire sont parfois utilisés, comme les fours commercialisés par Markforged™, mais ces derniers ont un fonctionnement fermé et ne permettent de modifier que très peu de paramètres. Ainsi, cet aperçu de la littérature souligne le besoin de développer des stratégies de frittage « économiques », afin de s'aligner sur les coûts des nouvelles technologies et de permettre au plus grand nombre d'utiliser les technologies d'extrusion.

II. Matériau et procédé

II.1. Matériau

La matière première utilisée dans ce travail de thèse est un feedstock commercial (316L D 120E, PolyMIM®) sous forme de granulés (Figure 31 (a)).

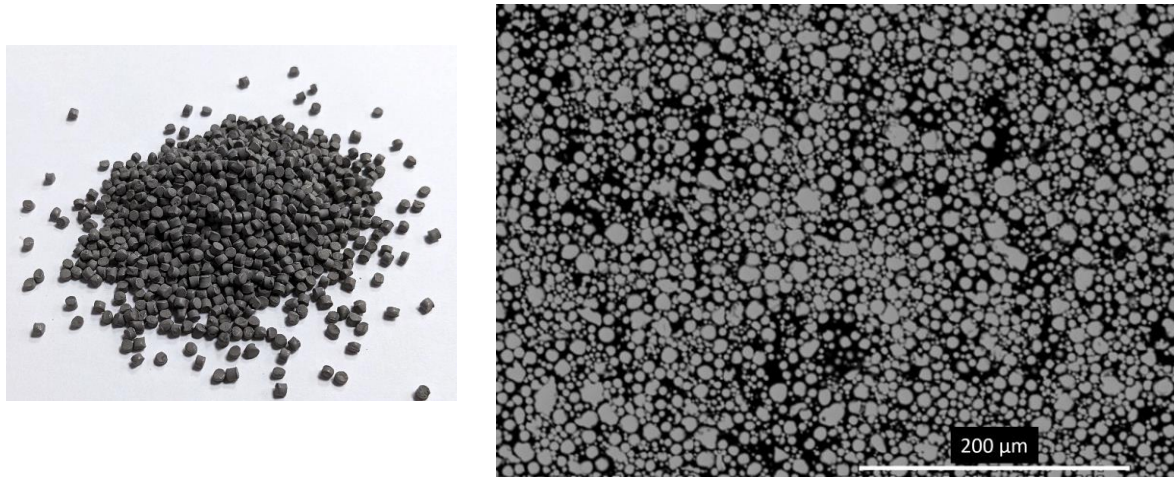


Figure 31 : (a) Granulés d'AISI 316L (b) Vue au microscope optique à balayage (MEB) du feedstock

Ces granulés contiennent un système de liant multi-composants avec au moins un polymère soluble dans l'eau et un autre non soluble. Par ailleurs, les poudres métalliques présentent une répartition bimodale en termes de tailles de particules, composée de deux populations distinctes : des particules fines et des particules plus grossières (Figure 31 (b)). La taille moyenne globale des particules, tenant compte des deux populations, est de 18 μm . La composition typique de l'alliage après frittage donnée par le fournisseur est indiquée dans le Tableau 8. Cependant, la composition du liant n'est pas communiquée par ce dernier.

Tableau 8 : Composition chimique de l'acier inoxydable 316L de chez PolyMIM® (% massique)

	Fe	C	Ni	Cr	Mo	Mn	Si	S	P
Min.	-	-	10,0	16,0	2,0	-	-	-	-
Max.	Reste	0,03	14,0	18,5	3,0	2,0	1,0	0,03	0,045

II.2. Mise en forme

II.2.1. Choix des éprouvettes

Les échantillons étudiés dans ce chapitre sont des éprouvettes de traction dont les propriétés mécaniques seront évaluées dans le chapitre suivant. Une analyse comparative des propriétés mécaniques sera réalisée entre des éprouvettes imprimées et d'autres fabriquées par MIM. Les éprouvettes de traction habituellement produites pour évaluer les propriétés mécaniques des éprouvettes MIM sont cylindriques (Figure 32 (a)). Toutefois, ces éprouvettes sont difficiles à imprimer. Le choix des échantillons s'est donc porté sur des éprouvettes de traction plates, afin de faciliter leur impression et permettre une meilleure comparaison avec les pièces injectées. Le CRITT Matériaux Innovation ne possédant pas de moules d'injection pour des éprouvettes plates, ces dernières ont été injectées au SIRRIS¹⁰ en Belgique, partenaire du projet Interreg FabricAr3v. Cet institut possède un moule initialement destiné à l'injection

¹⁰ Le SIRRIS est un centre de recherche et de développement technologique belge, qui a fait partie du projet FabricAr3v.

de polymères non chargés correspondant à la norme ISO527-2 1A. Les dimensions sont données dans la Figure 32 (b).

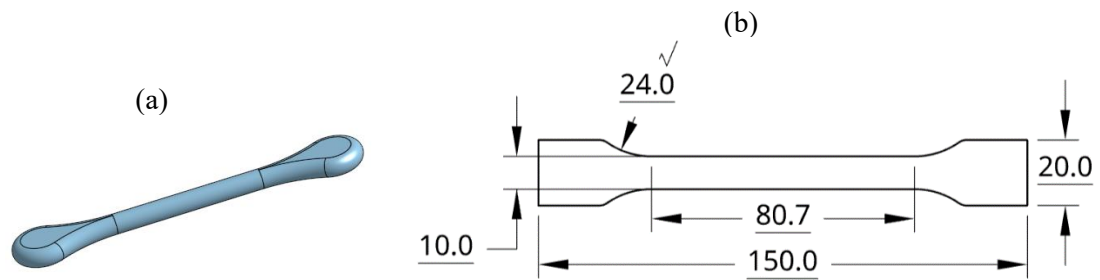


Figure 32 : (a) Eprouvettes de traction MIM (non normalisées) (b) Dimensions des éprouvettes (en mm) utilisées dans ce travail de thèse, avec une épaisseur de 4mm

II.2.2. Injection

La mise en forme des éprouvettes par MIM a été réalisée avec une presse à injecter de chez Arburg (modèle 320C) (Figure 33). La température de la buse a été maintenue à 185°C et celle du moule à 60°C. Les pressions d'injection, de maintien et celle de contrepression ont été fixées respectivement à 1750, 350 et 50 bar. Pour le dosage, la vitesse de rotation de la vis a été maintenue à 150 tr/min. Ces paramètres sont ceux recommandés par le fournisseur.



Figure 33 : Presse à injecter

II.2.3. Impression

Dans ce travail de thèse, c'est le procédé d'extrusion à vis qui est utilisé. Les impressions ont été réalisées avec une plateforme à changement d'outils (*ToolChanger*, E3D) développée dans le cadre de la thèse de V. Martin [1, 2] et présentée en Figure 34. Cette imprimante, sur laquelle a été montée une extrudeuse à granulés, est de type open-source et se distingue par sa capacité à accueillir quatre modules-outils distincts. Pour passer d'un module à un autre, elle utilise un porte-outil mobile doté d'un système de verrouillage, permettant ainsi une transition aisée entre les différents éléments.

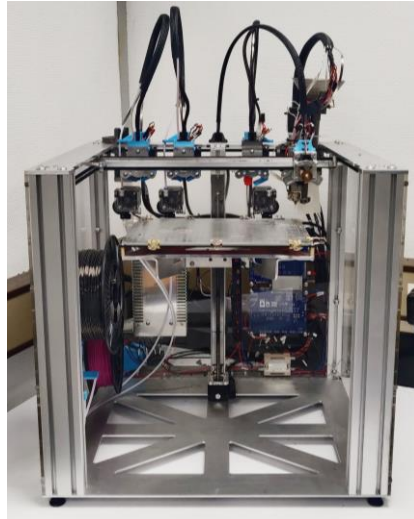


Figure 34 : ToolChanger de chez E3D

L'extrudeuse (V3, Mahor.XYZ) est équipée d'un moteur pas à pas sur lequel une vis d'extrusion est montée via un accouplement. Cette vis s'insère dans un fourreau qui est équipé d'un radiateur et d'un corps de chauffe, tandis qu'une buse d'extrusion est fixée à l'extrémité du fourreau (Figure 35). Le contrôle de la température d'impression est assuré par une résistance chauffante insérée dans le corps de chauffe, dont l'emplacement est indiqué par une flèche verte sur la Figure 35.

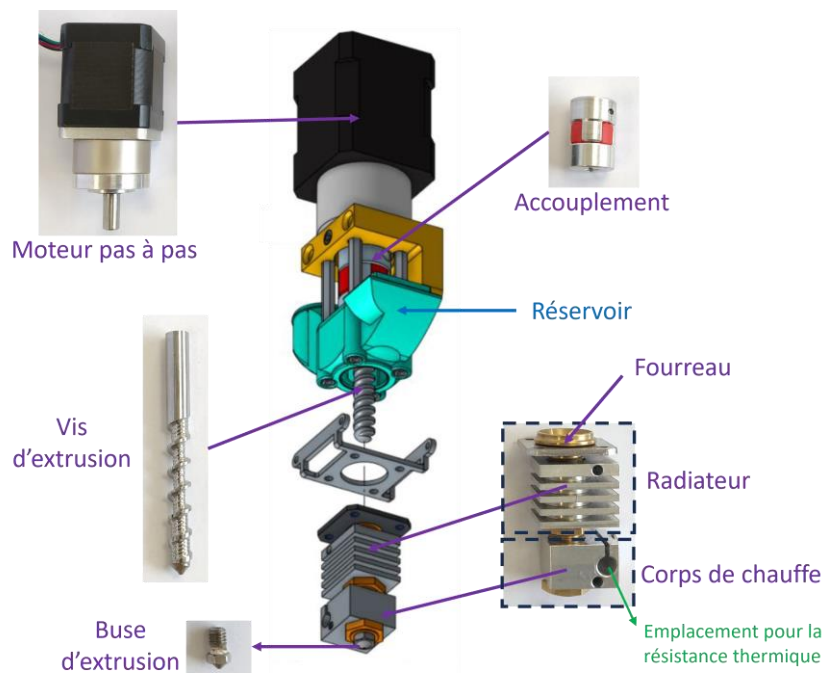


Figure 35 : Vue éclatée d'une partie de la tête d'impression granulé (En violet, pièces issues de la tête V3 Mahor.XYZ ; En bleu, pièce développée par V. Martin)

L'extrudeuse a été modifiée par V. Martin et la modification est décrite en détail dans ses travaux [1, 2]. Il a notamment développé des pièces pour rendre compatible la tête avec le porte-outil et un schéma de la tête est présenté en Figure 36.

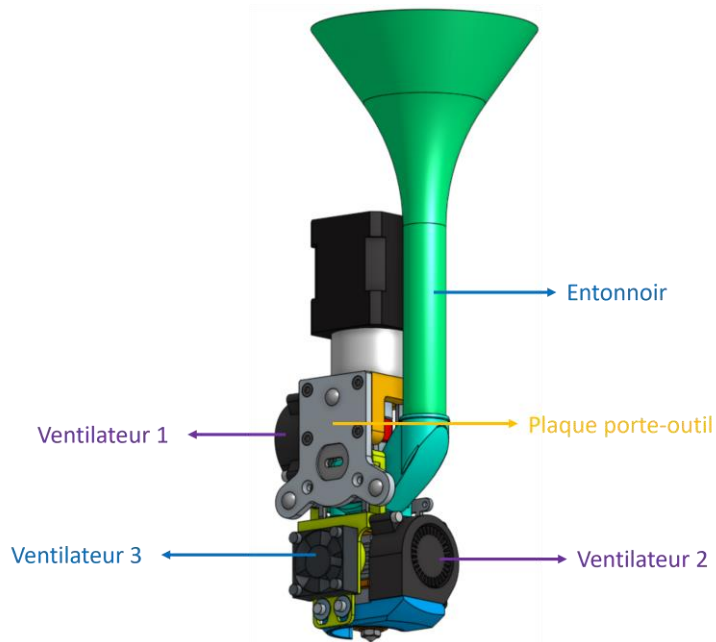


Figure 36 : Schéma de la tête d'impression (En violet, pièces issues de la tête V3, Mahor.XYZ ; En orange, pièce fournie par E3D ; En bleu, pièces développées et/ou ajoutées par V. Martin)

Le ventilateur 1 permet de souffler dans le réservoir où sont stockés les granulés et permet de les garder froids jusqu'à leur entrée dans le fourreau. Ainsi, grâce à l'action de ce ventilateur et du ventilateur 3 monté sur le radiateur, les granulés restent à l'état solide et peuvent atteindre l'entrée de la vis d'extrusion sans former de bouchon. Le ventilateur 2 permet de souffler sur les pièces en cours d'impression mais n'a pas été utilisé avec le matériau étudié dans cette thèse.

Le logiciel de *slicing* utilisé est Ultimaker Cura. Le motif d'impression choisi est un motif « lignes » avec une alternance $+45^\circ/-45^\circ$, comme sur la Figure 37(a). Cette orientation a été sélectionnée pour ses propriétés avantageuses documentées dans la littérature [158], et d'après l'expérience des collaborateurs, elle permet de réduire les déformations lors du frittage, par rapport à d'autres stratégies telles que 0° ou 90° (Figure 37 (b)).

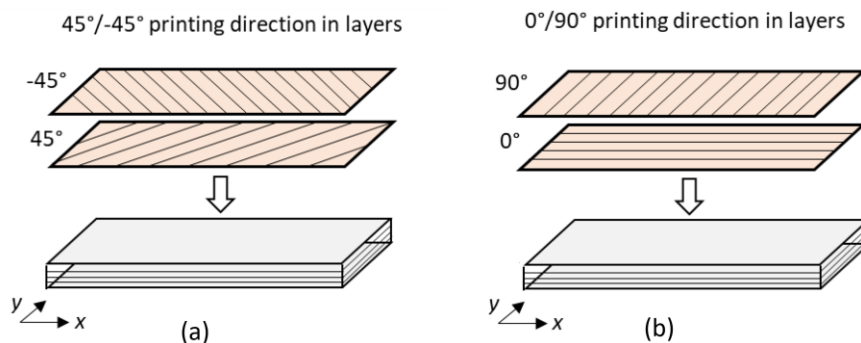


Figure 37 : (a) Orientation $+45^\circ/45^\circ$ (b) Orientation $0^\circ/90^\circ$ [159]

Les éprouvettes ont été imprimés sur un radeau en TPU¹¹ afin d'améliorer l'adhérence au plateau en verre pendant l'impression. En raison de leur grande taille, les pièces ont tendance à se détacher du

¹¹ Polyuréthane thermoplastique, élastomère souple

plateau au cours de l'impression. Le TPU offre une excellente adhérence au verre, et en imprimant les pièces en 316L par-dessus cette sous-couche, on garantit une meilleure stabilité pendant l'impression tout en permettant un décollage facile une fois le processus terminé.

Les paramètres utilisés dans Cura pour le TPU et les granulés 316L sont donnés dans le Tableau 9. La température d'impression pour le 316L a été sélectionnée suite à une ATG qui a révélé que le polymère commençait à se dégrader à 200°C. La hauteur de couche et largeur des cordons ont été sélectionnés de manière arbitraire. Enfin, le débit, la vitesse et le chevauchement de remplissage ont été sélectionnés afin d'avoir le débit le plus important possible, sans toutefois compromettre la dimension des pièces. Un exemple de pièce verte, nécessitant environ 1h15 de temps d'impression, est montré en Figure 38.

Tableau 9 : Paramètres d'impression

	TPU	316L
Température d'impression (°C)	205	195
Température du plateau (°C)	60	
Vitesse d'impression (mm/s)	30	20
Hauteur des couches (mm)	0.2	0.2
Largeur des cordons (mm)	0.6	0.6
Débit (%)	100	100
Chevauchement de remplissage (%)	10	50



Figure 38 : Exemple de pièce verte

II.3. Déliantage et frittage

II.3.1. Déliantage chimique

Le déliantage chimique a été réalisé en immergeant les pièces vertes dans un récipient contenant de l'eau distillée et 2%vol d'inhibiteur de corrosion dans une étuve de laboratoire à 60 °C pendant 48 heures. Les pièces ont ensuite été séchées pendant 5 heures à 80°C dans la même étuve. La perte de masse atteinte après cette étape était d'environ 4,1%, ce qui valide cette étape car le fournisseur recommande une perte de masse supérieure à 3,6%.

II.3.2. Déliantage thermique et frittage

II.3.2.1. Équipements

Quatre fours ont été utilisés dans ce travail. Les deux premiers fours sont des fours industriels de chez Elnik (modèle MIM-3002 T50) (Figure 39), l'un étant la propriété du CRITT Matériaux Innovation (Charleville-Mézières) et le deuxième celle du CEA (Grenoble). Le four du CEA a été utilisé en sous-

traitance suite à diverses pannes ou problèmes sur le four du CRITT¹². Ces fours sont des fours à cornues (*retort furnace* en anglais). La cornue est en matériau réfractaire étanche aux gaz. Le système de gestion des gaz se compose de régulateurs de débit et d'une vanne de pression partielle au niveau de la pompe à vide. Les différents flux de gaz dans la zone chaude et la cornue ainsi qu'une légère pression partielle à l'intérieur de la cornue garantissent qu'aucun matériau liant n'adhère aux parois froides du four. De plus, l'autoclave est équipé de chambres de distribution de gaz de chaque côté, munies de trous pour garantir une répartition uniforme du gaz chauffé sur chaque plateau à l'intérieur de l'autoclave (Figure 40).



Figure 39 : Four industriel de chez Elnik vu de l'extérieur

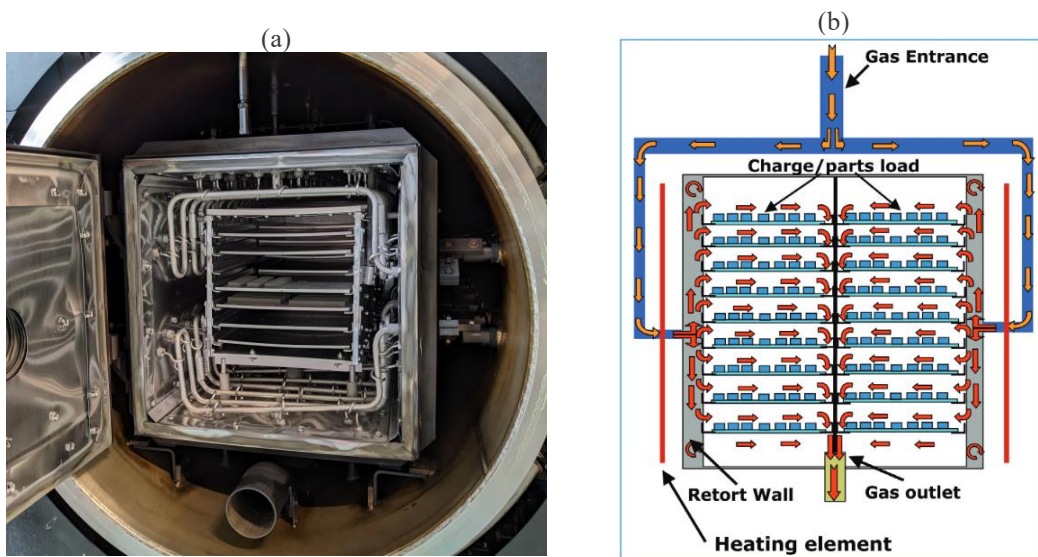


Figure 40 (a) : Four industriel de chez Elnik vu de l'intérieur
(b) Schéma de fonctionnement (source : Elnik.com)

Les deux autres fours sont des fours tubulaires de laboratoire. Le premier est de fabrication française, de la marque Pyrox (Figure 41 (a)), tandis que le second est de fabrication chinoise, de la marque Sager (Figure 41(b)). Les deux fours sont équipés de tubes en alumine. Pour le four Pyrox, le tube mesure 150 mm de long et 90 mm de diamètre, tandis que pour le four Sager, il mesure 100 mm de long et 80 mm de diamètre. Les deux fours ont un fonctionnement similaire, comme illustré à la Figure 42 : le gaz entre

¹² Les principales pannes sont l'arrêt de fonctionnement de la pompe à vide et le mauvais dimensionnement du nouveau circuit de refroidissement, rendant impossible la montée en température.

d'un côté du tube en alumine et sort de l'autre côté. Dans le cas du four Sager, la sortie de gaz est identique à l'entrée destinée à être connectée à une pompe à vide, tandis le four Pyrox possède deux branchements distincts : un pour la sortie de gaz, équipé de clapets anti-retour, et un autre pour la connexion à la pompe à vide. De plus, une différence notable est que les joints d'étanchéité du four Pyrox sont refroidis par de l'eau, tandis que ceux du four Sager ne bénéficient pas d'une protection spécifique, mais des mousses réfractaires sont utilisées pour limiter la propagation de la chaleur et confiner la zone chaude (schématisées en pointillé sur la Figure 42).

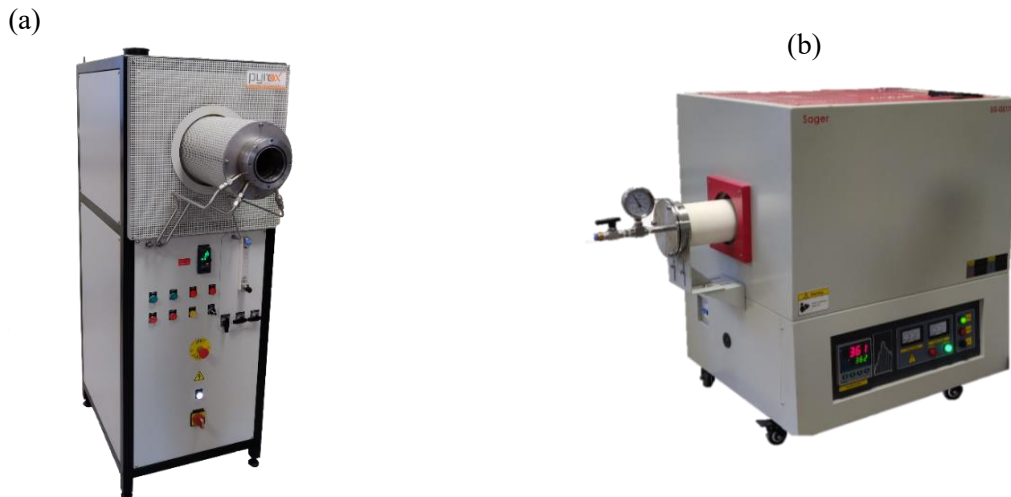


Figure 41 : (a) Four tubulaire Pyrox (b) Four tubulaire Sager

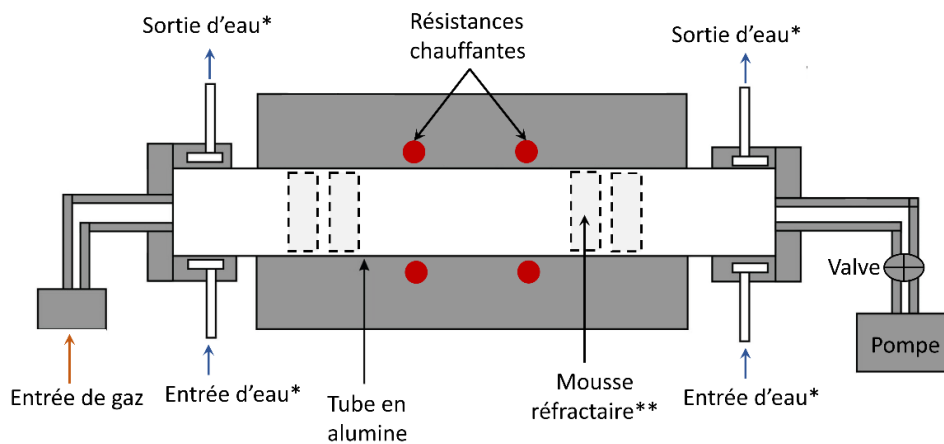


Figure 42 : Schéma des fours tubulaires (* Uniquement sur four Pyrox ; **Uniquement sur four Sager)

II.3.2.2. Atmosphères sélectionnées

Cinq environnements différents ont été étudiés, dans différents fours :

- L'**hydrogène** (H_2) avec un vide de 600mbar dans le four industriel du CEA, avec un débit d'environ 2 L/min dans la zone chaude et de 10 L/min dans la cornue,
- L'**azote** (N_2), le **RH5** (mélange 10% H_2 + 90% N_2), et l'**argon** (Ar) dans le four tubulaire Pyrox avec un balayage d'environ 2L/min,

- **Le vide primaire** dans le four Sager¹³.

Les cinétiques de déliantage sous vide nécessitent des rampes de montée en température très faibles en comparaison avec des déliantages sous gaz, de l'ordre du dixième de degré par minute. En outre, l'utilisation du vide pour le déliantage comporte des risques pour la pompe à vide, car une partie du polymère peut se redéposer à l'intérieur de celle-ci et empêcher son bon fonctionnement. Pour ces deux raisons, dans le cadre de l'étude sous vide, le déliantage thermique s'est déroulé sous azote (à un débit de 2L/min) et le frittage sous vide. En revanche pour les atmosphères gazeuses, les déliantages thermiques et les frittages ont été effectués sans changement d'atmosphère.

II.3.2.3. Verrous

Les premiers essais de frittage ont été réalisés en suivant le cycle thermique fourni par le fabricant, dans le four tubulaire Pyrox. Les échantillons, MIM ou MIM-like, étaient placés sur un creuset en alumine. Toutefois, les échantillons frittés dans ces conditions, sous azote ou argon, ont amené à la formation d'une couche duveteuse et épaisse de filaments, sur une couche noire, comme en témoigne la Figure 43. En outre, les têtes des éprouvettes étaient très déformées.

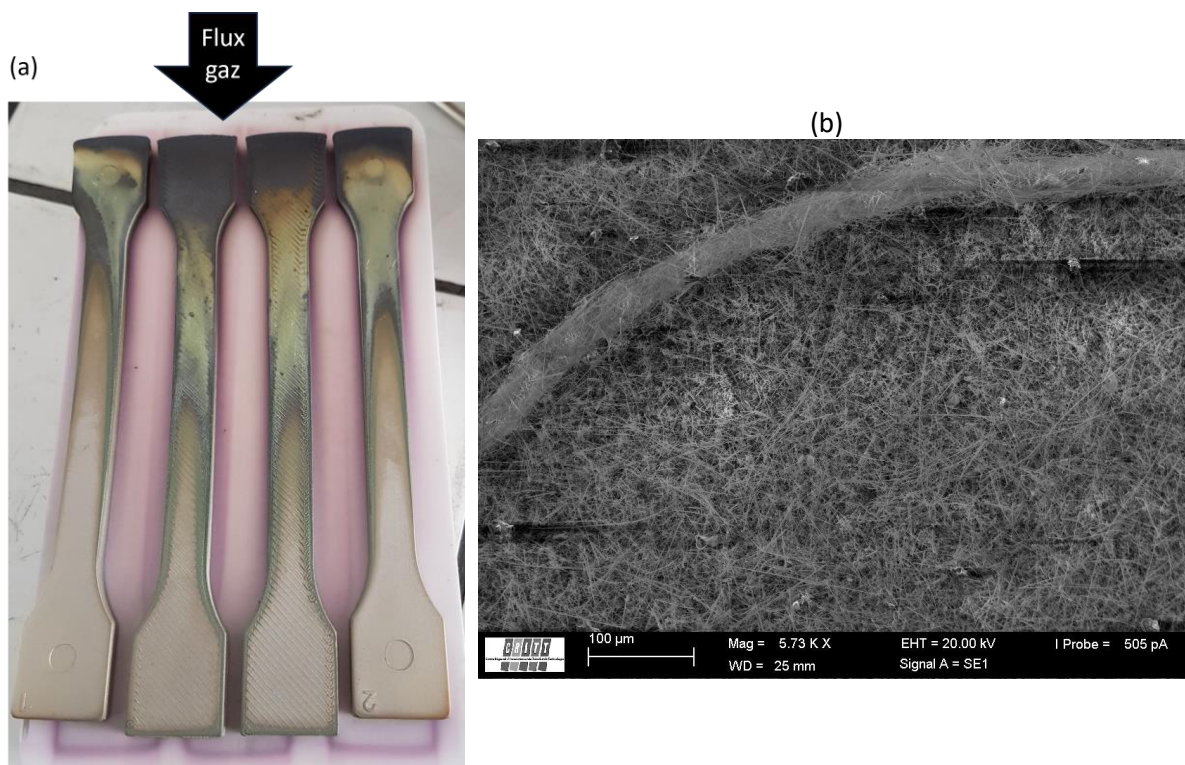


Figure 43 : (a) Exemple d'échantillons après frittage sous argon ou azote (b) Filaments vus au MEB

¹³ En raison de diverses contraintes, l'étude sous vide n'a pas pu être réalisée dans le four Pyrox car après plusieurs utilisations, il n'était plus possible d'obtenir un vide optimal. Les contraintes incluent l'encrassement des clapets anti-retour par des dépôts de polymère, empêchant l'obtention du vide requis. En outre, un défaut de conception du four provoque le glissement du tube en alumine dans ses joints lorsque la pompe à vide est activée. Ce problème, survenu après de nombreuses utilisations, pourrait être lié au fluage du tube en alumine.

Des analyses par diffractions des rayons X (DRX) ont révélé que les filaments verts sont principalement des oxydes de chrome-manganèse et que la couche noire est de l'oxyde de fer (Figure 44).

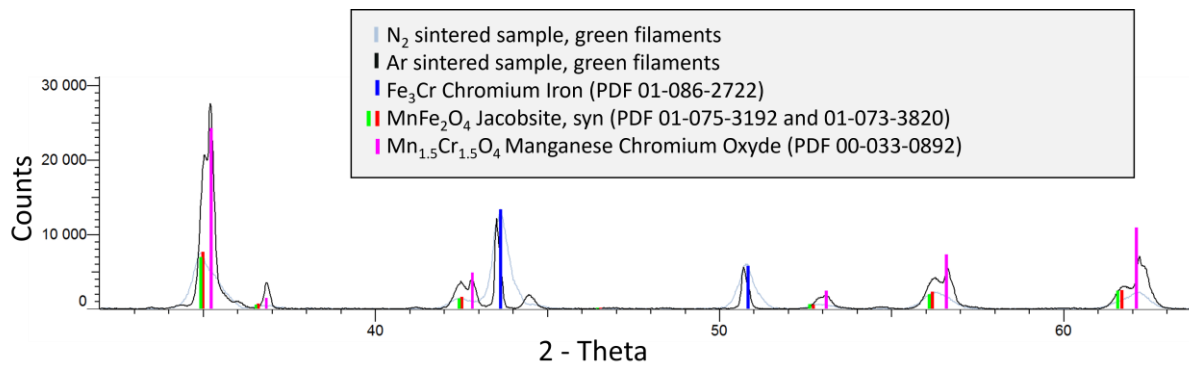


Figure 44 : Analyses DRX sur les filaments verts et sur la couche noire

Un article de la littérature, rédigé par Chen *et al.* [160], permet d'expliquer ce phénomène. Les auteurs de cet article ont sciemment fait apparaître ces filaments sur une feuille d'AISI 316L en la soumettant à un flux d'azote à 1100°C. Selon eux, les filaments se forment en raison de l'oxygène présent dans le gaz de frittage. Les éléments Mn et Cr sont oxydés de manière sélective en raison de leur plus grande affinité pour l'oxygène par rapport aux éléments Fe et Ni, ce qui forme des cristaux d'oxyde de manganèse et de chrome. La faible pression partielle d'oxygène entraîne une faible saturation des cristaux, ce qui favorise la croissance de filaments.

Cette hypothèse est étayée dans notre cas par le fait que les filaments n'apparaissent qu'en amont de l'écoulement gazeux comme l'atteste la Figure 43(a). Ce phénomène ne se produit pas lors du frittage sous RH5, ce qui indique que la présence d'hydrogène, même en faible quantité, facilite la réduction de ces oxydes.

II.3.2.4. Recherche de solutions

Afin d'éviter le problème lié au flux de gaz, les échantillons ont été enfermés dans deux creusets en alumine disposés l'un sur l'autre, le plus haut étant fermé par une plaque en alumine comme illustré sur la Figure 45(a). Avec ce dispositif de confinement, les pièces ressortent brillantes et sans déformations majeures mais avec toutefois l'apparition de bulles en surface (Figure 45(b)). Ces bulles sont connues pour résulter d'une différence significative de pression entre les gaz de décomposition et l'environnement. Lors de la dégradation thermique du polymère, des gaz de décomposition sont produits. Si ces gaz ne peuvent pas s'échapper rapidement de l'enceinte confinée, leur concentration augmente, créant une pression interne plus élevée par rapport à la pression extérieure. Cette différence de pression provoque alors la formation de bulles à la surface du matériau, car les gaz cherchent à s'échapper pour équilibrer la pression interne avec la pression externe [87]. L'utilisation d'une rampe de déliantage plus lente a permis de surpasser ce problème en diminuant la vitesse de formation des gaz, ce qui donne aux gaz plus de temps pour s'évacuer de l'enceinte.

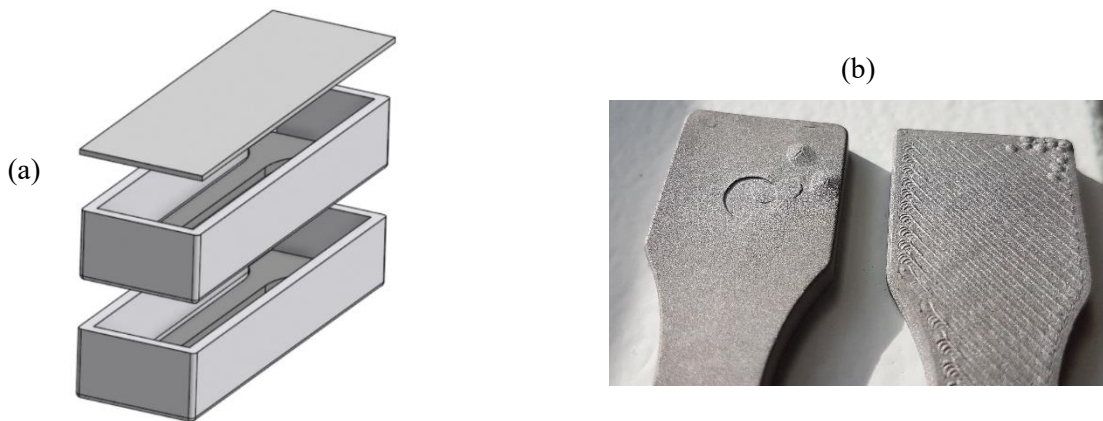


Figure 45 : (a) Vue éclatée du dispositif de confinement (b) Bulles à la surface d'une pièce MIM (à gauche) et imprimée (à droite)

II.3.2.5. Cycles thermiques

Pour la plupart de l'étude, le déliantage thermique et le frittage sont réalisés dans un même cycle thermique. Le déliantage s'est effectué à 600°C pendant 2 heures, suivi du frittage à 1360°C pendant la même durée. Seule la rampe de déliantage a été modifiée pour les raisons exposées ci-dessus. Pour les échantillons non confinés, le déliantage a été réalisé avec une rampe de 3°C/min, correspondant au cycle 1 sur la Figure 46. Ce cycle 1 correspond au cycle donné par le fournisseur de la matière première, sauf pour le refroidissement pour lequel ce dernier préconise une redescente à 15°C/min. Enfin, les échantillons confinés ont été déliantés à 1°C/min, ce qui correspond au cycle 2 sur la Figure 46.

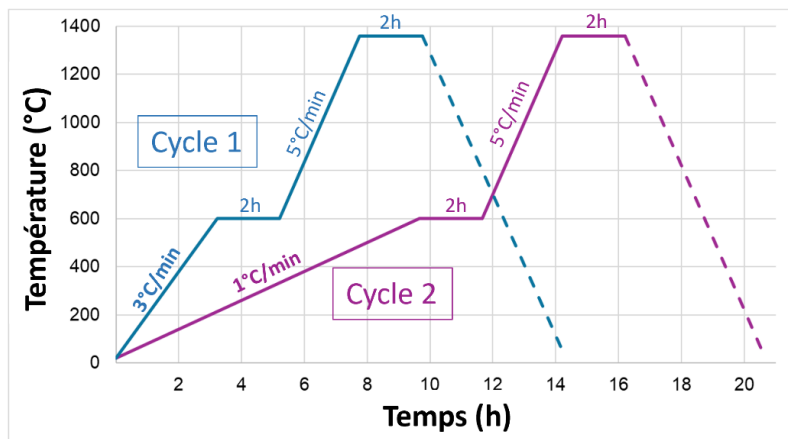


Figure 46 : Cycles thermiques utilisés

Les constructeurs du four Pyrox recommandent de ne pas dépasser des rampes de température de plus de 5°C/min en montée et en descente, afin de ne pas endommager le tube en alumine. Cette consigne peut être respectée à la montée mais n'est pas respectée à la descente, à cause de l'inertie thermique de l'alumine. Afin d'évaluer la vitesse de refroidissement du four lors d'une programmation à 5°C/min, une expérience a été menée en chauffant le four avec deux thermocouples de type K, l'un positionné au centre du dispositif de confinement et l'autre au-dessus de ce dispositif. L'expérience a été limitée à 1100°C en raison de la température maximale supportée par les thermocouples. Les résultats de

l'expérience sont schématisés en Figure 47. Ils révèlent que la consigne de refroidissement de 5°C/min est observée jusqu'à environ 740°C. Ensuite, le four se refroidit à un rythme d'environ 1,6°C/min de 740°C à 300°C, puis à environ 0,5°C/min jusqu'à la température ambiante. De plus, l'expérience démontre une faible différence de température entre l'intérieur et l'extérieur du creuset.

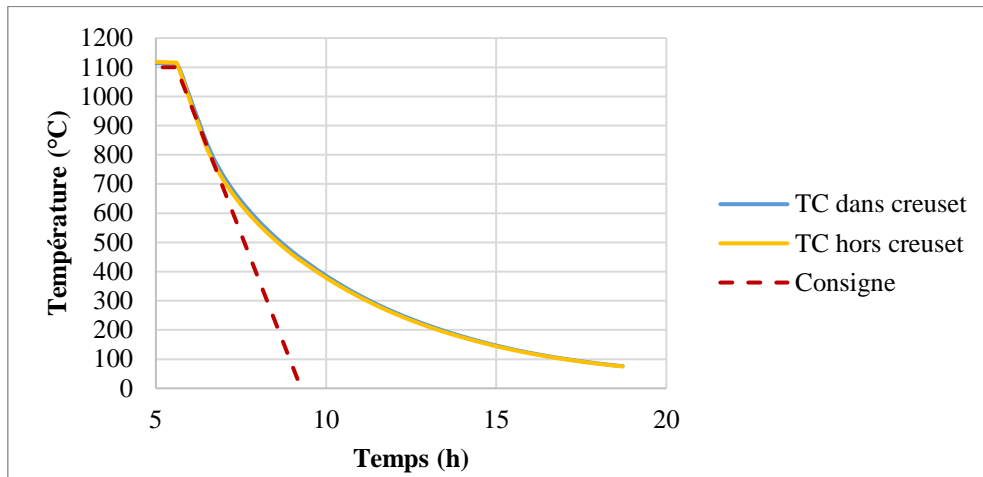


Figure 47 : Températures mesurées par les thermocouples (TC) en comparaison avec la consigne

Contrairement aux autres fours, le four industriel du CEA peut contrôler sa descente en température et la consigne de 5°C/min peut être respectée au refroidissement.

II.3.2.6. Résumé des conditions de déliantage et frittage

Afin de simplifier la compréhension, les différentes configurations seront nommées selon le Tableau 10. Le frittage industriel sous hydrogène sera nommé « Référence », les frittages réalisés dans un environnement confiné avec le cycle 2 seront nommés « Condition C – 1 » (C pour « Confiné » et 1 pour la rampe de déliantage thermique de 1°C/min) et enfin, les frittages réalisés dans un environnement non confiné avec le cycle 1 seront nommés « Condition NC – 3 » (NC pour « Non Confiné » et 3 pour la rampe de déliantage thermique de 3°C/min).

Tableau 10 : Configurations de déliantage et frittage

	Four(s)	Confinement	Déliantage thermique	Environnements étudiés	Refroidissement
Référence	Industriel, à cornue	Non	1°C/min	H ₂	Contrôlé (5°C/min)
Condition NC - 3	Laboratoire, tubulaires	Non	3°C/min	N ₂ , RH5, Ar (four Pyrox) ; Vide (four Sager)	Contrôlé jusqu'à 740°C (5°C/min)
Condition C - 1	Laboratoire, tubulaires	Oui	1°C/min	N ₂ , RH5, Ar (four Pyrox) ; Vide (four Sager)	Contrôlé jusqu'à 740°C (5°C/min)

III. Influence des conditions de frittage sur la composition chimique

Dans cette section, l'impact des conditions de frittage sur les concentrations d'azote et de carbone des pièces après frittage sera étudié. L'objectif est d'évaluer la qualité des environnements et des configurations expérimentales dans le cadre d'un frittage économique en laboratoire.

III.1. Méthode d'analyse

Trois têtes d'éprouvettes de traction ont été découpées pour chaque configuration et chaque gaz. Les échantillons ont été partiellement polis afin d'éliminer les éventuelles couches d'oxyde (filaments verts et couche noire). Les échantillons ainsi prélevés ont été découpés en copeaux par cisailage puis analysés.

Les taux d'azote et d'oxygène ont été mesurés par réduction-fusion avec un analyseur élémentaire oxygène/azote (EMGA-820AC, Horiba). Cette méthode implique l'utilisation d'un réactif chimique, tel que l'hydrogène, pour convertir sélectivement l'azote ou l'oxygène présents dans l'échantillon en gaz. Les gaz formés, principalement du diazote et de l'eau, sont ensuite analysés à l'aide d'un spectromètre de masse pour déterminer leur composition quantitative.

Le taux de carbone a été mesuré par combustion avec un analyseur élémentaire carbone/soufre (EMIA-920V2, Horiba). L'analyse chimique du carbone par combustion repose sur l'oxydation du carbone contenu dans un échantillon organique en dioxyde de carbone (CO_2), à haute température et en présence d'oxygène. L'échantillon est brûlé dans un environnement contrôlé dans un analyseur élémentaire. Le CO_2 produit est ensuite capturé et quantifié à l'aide d'un spectromètre de masse. En comparant la quantité de CO_2 produite à la masse d'échantillon initial, la teneur en carbone de l'échantillon peut être déterminée avec précision.

III.2. Influence de l'atmosphère et du confinement sur les taux de carbone, d'azote et d'oxygène

La Figure 48 illustre la variation de la teneur en carbone en fonction des atmosphères et de la méthode de frittage. Pour rappel, selon les différentes normes relatives à l'acier inoxydable 316L, la teneur en carbone pour l'AISI 316L ne doit pas dépasser 0,03%.

Lors du frittage sous hydrogène, un taux de carbone de 0,009% est obtenu. En revanche, lors du frittage dans un creuset fermé (condition C - 1), une augmentation significative de la teneur en carbone est observée par rapport à la référence, à l'exception du frittage sous vide. Il apparaît donc que les teneurs en carbone des échantillons frittés dans une enceinte fermée ne respectent pas les limites prescrites, sauf dans le cas du vide. Cette augmentation de carbone n'est pas observée pour la condition NC - 3, quel que soit l'environnement d'étude. Il semblerait donc que les gaz carbonés issus de la dégradation des polymères ne puissent pas s'échapper correctement de l'enceinte confinée. Il est donc fortement probable que ces gaz stagnent dans le creuset et réagissent ensuite avec la pièce en acier au cours du frittage, entraînant un enrichissement en carbone par diffusion dans le métal avec le temps, à l'image de

ce qui se produit au cours d'une cémentation¹⁴. Une réaction typique de cémentation est la suivante [161]:



Il est probable également que la teneur en carbone dépende du nombre de pièces frittées, donc de la quantité de polymère présente et par conséquent de la pression partielle des gaz carbonés produits. Ce phénomène d'enrichissement ne se produit pas lors de l'utilisation du vide, ce qui signifie que la pompe permet d'évacuer efficacement les dégazements problématiques.

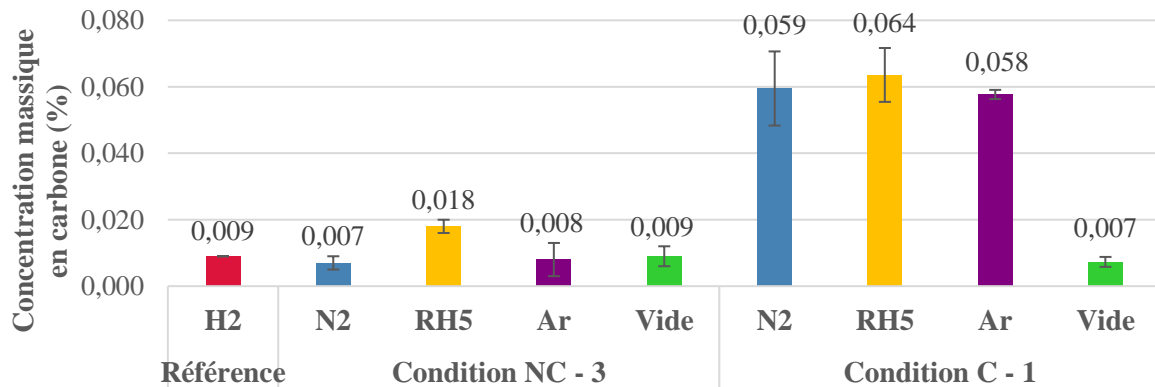


Figure 48 : Concentration massique de carbone en fonction des différentes conditions de frittage

En ce qui concerne l'azote, la norme NF EN 10088-1 relative aux aciers inoxydables [5] limite sa teneur à 0,11%, et la norme ISO 5755:2012 [162] relative aux matériaux métalliques frittés adopte une contrainte encore plus restrictive, en limitant la teneur en azote à 0,03%. Comme montré dans la Figure 49, une augmentation notable des teneurs en azote est observée lorsque les échantillons sont soumis à un frittage dans des atmosphères riches en azote, dépassant largement les limites fixées par ces normes. Une partie de l'azote provenant du gaz s'est dissous en solution solide et une autre a formé des nitrures, comme l'atteste les analyses DRX présentées en Figure 50. Les valeurs obtenues sont toutefois très proches de celles reportées dans la littérature (voir partie I.1), pour les frittages effectués sous atmosphère contenant de l'azote (entre 0,3% et 0,4%).

¹⁴ La cémentation est traitement thermo-chimique visant à enrichir la surface d'un acier en carbone afin d'augmenter sa dureté superficielle.

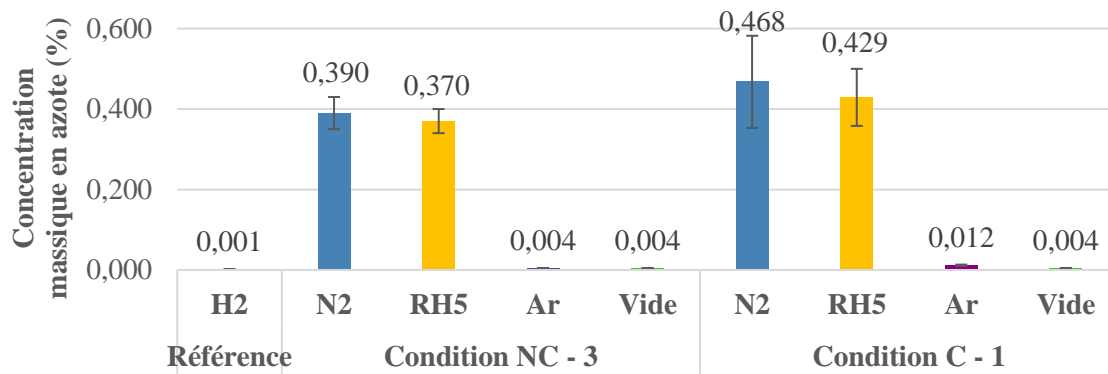


Figure 49 : Concentration massique d'azote en fonction des différentes conditions de frittage

De plus, il est notable que, malgré un déliantage sous azote avant le frittage sous vide, le taux d'azote est similaire à celui observé avec la référence sous hydrogène. Ceci suggère, en accord avec les données de la littérature, que la température de 600°C n'est pas suffisamment élevée pour permettre à l'azote de se dissoudre en solution solide, et encore moins de favoriser la formation de nitrures. La saturation de l'austénite en azote et la formation de nitrures se produisent donc pendant la phase de frittage dans une atmosphère azotée.

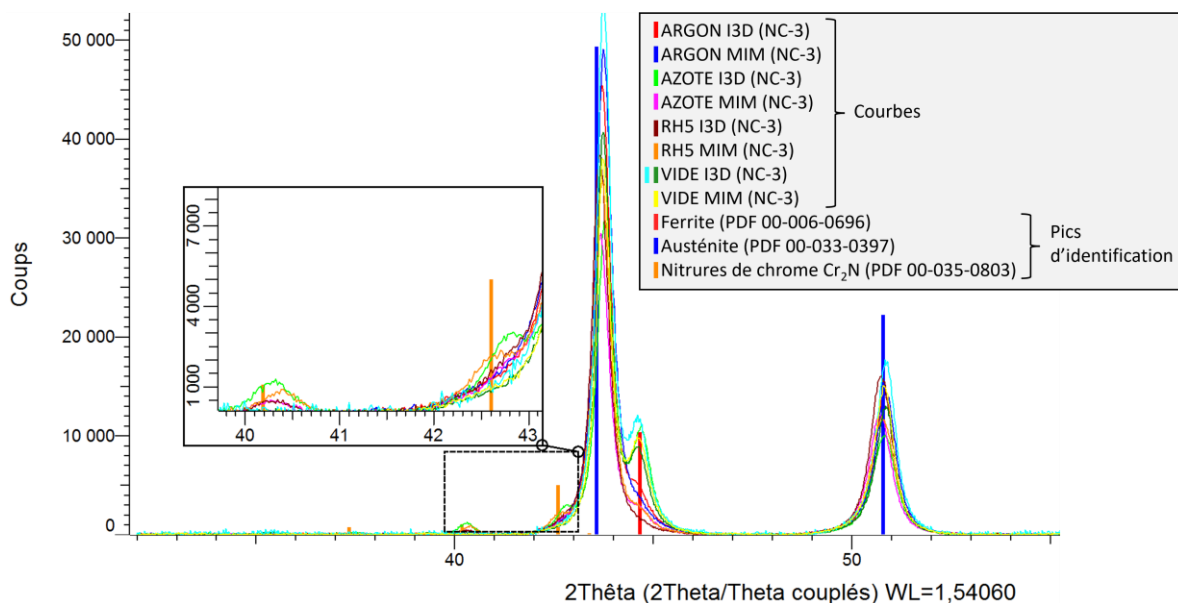


Figure 50 : Analyses DRX sur échantillons frittés en condition NC-3 (I3D = Impression 3D)

Enfin, concernant l'oxygène, il n'existe aucune restriction dans les normes. La Figure 51 présente la teneur en oxygène dans les échantillons après frittage. Les résultats révèlent une différence notable entre les échantillons frittés sous hydrogène ou sous vide, qui contiennent très peu d'oxygène, et les autres, bien que ces valeurs soient similaires à celles rapportées dans la littérature pour des frittages en four industriel [149]. L'hydrogène pur s'avère donc efficace pour éliminer les oxydes et l'utilisation du vide permet d'empêcher les réactions avec l'oxygène environnant.

Le taux d'oxygène dans les pièces frittées sous RH5 et sous argon est nettement plus élevé pour la condition NC-3 que pour la condition C-1, ce qui suggère que le polissage n'a pas suffi à éliminer

complètement les oxydes. De plus, en examinant la condition C-1, on constate que la concentration d'oxygène est plus faible pour le frittage sous RH5 par rapport à l'azote et à l'argon. Cela indique donc que l'hydrogène contenu dans le RH5 contribue à une élimination partielle des oxydes de manière toutefois moins efficace que le vide primaire.

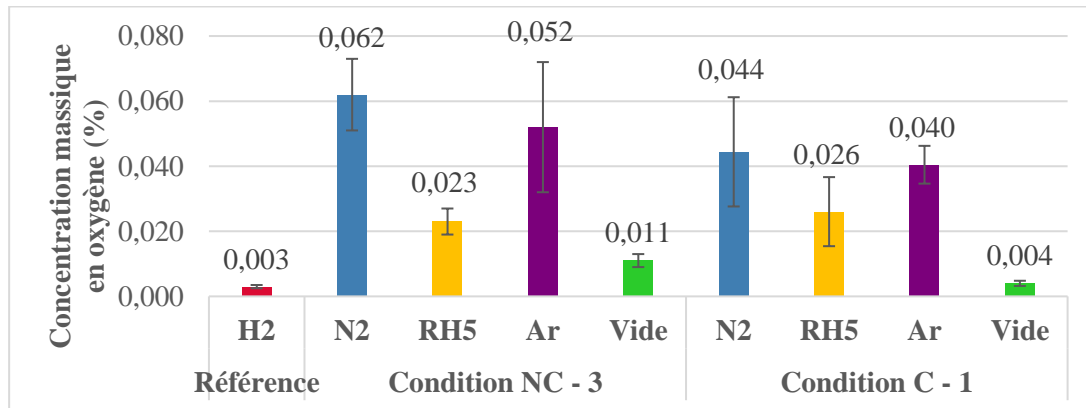


Figure 51 : Concentration massique d'oxygène en fonction des différentes conditions de frittage

III.3. Influence du procédé de mise en forme sur les taux de carbone et d'azote en environnement confiné

L'injection (MIM) et l'impression 3D (I3D) mènent à des tailles et des répartitions de porosités différentes, comme le montre la Figure 52, où l'on peut comparer les deux procédés, après frittage sous RH5 en environnement confiné. La présence et la répartition des porosités seront abordés plus en détail dans le prochain chapitre. Toutefois, il est déjà possible d'observer que l'impression entraîne des macroporosités allongées en raison du dépôt couche par couche, ce qui n'est pas le cas pour le moulage par injection. En outre, l'impression a tendance à générer un taux de porosité plus élevé. Par conséquent, il est pertinent de comparer les taux de carbone et d'azote en fonction du procédé, car ces éléments peuvent potentiellement diffuser plus facilement grâce aux porosités générées.

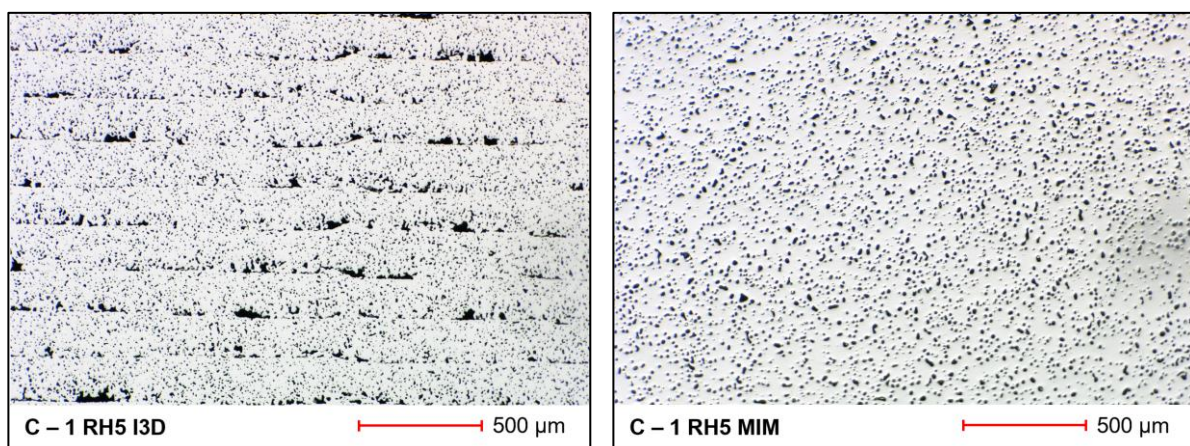


Figure 52 : Répartition de la porosité en fonction du procédé de mise en forme (I3D à gauche et MIM à droite) pour des éprouvettes frittées avec la condition C-1 sous RH5

Les taux de carbone et d'azote après frittage en environnement confiné sont présentés en Figure 53 en fonction du procédé et de l'environnement de frittage.

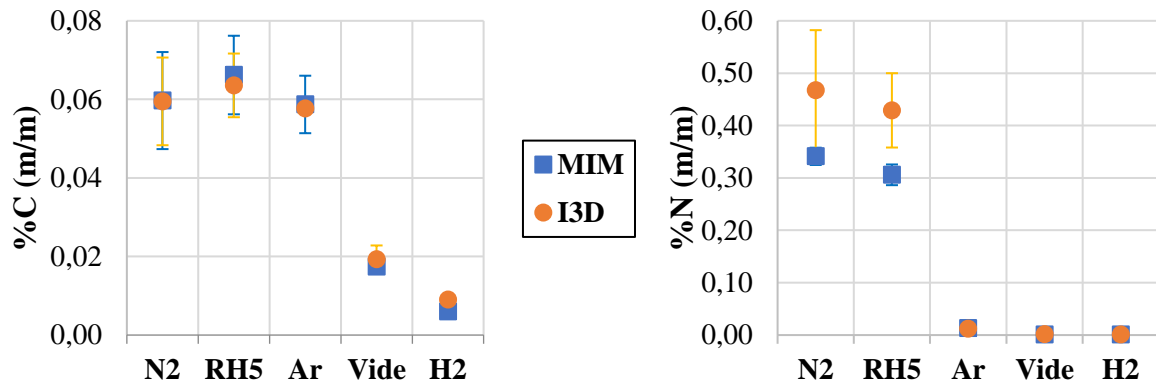


Figure 53 : Taux de carbone et d'azote en fonction du procédé et des atmosphères de frittage en environnement confiné (C-1)

Le taux de carbone ne semble pas varier en fonction du procédé mais il semblerait que ce dernier ait un impact sur la teneur en azote pour les frittages sous azote et RH5. En effet, le pourcentage d'azote est plus important, avec un écart-type plus grand en I3D qu'en MIM. Ces résultats suggèrent que les porosités plus importantes observées dans les échantillons fabriqués par I3D affectent la manière dont l'azote est incorporé dans les matériaux. En particulier, il est probable que l'enrichissement en azote continue après le frittage et qu'il soit favorisé par les longues porosités.

IV. Influence des conditions de frittage et post-traitements sur les phases et les constituants

Comme l'a révélé la littérature, il est important d'étudier l'impact des conditions de frittage et des post-traitements sur les phases et les constituants, afin de maîtriser les microstructures de conserver l'intégrité du matériau. Par conséquent, cela est étudié dans la suite.

IV.1. Méthodes d'analyse

Les échantillons ont été tronçonnés, enrobés puis pré-polis en utilisant des disques de polissage en carbure de silicium (SiC) avec une granulométrie de plus en plus fine, jusqu'à des grains d'environ 5 μm . Par la suite, le polissage a été poursuivi en utilisant des solutions diamantées avec des disques adaptés, jusqu'à atteindre une granulométrie de 0,25 μm , et enfin achevé avec une solution colloïdale à 0,1 μm .

Afin d'observer la microstructure, à savoir les joints de grains ou les phases et constituants, plusieurs attaques chimiques ou électrolytiques ont été utilisées. Leurs compositions et conditions d'attaque sont présentées dans le Tableau 11.

Tableau 11 : Attaques chimiques et électrolytiques utilisées

Réactif	N° selon NFA 05-150	N° selon ASTM E407	Composition	Durée d'attaque préconisée	Observations
HNO ₃ à 10%	-	219	60 mL HNO ₃ à 69% 40 mL d'eau	Attaque électrolytique à 5V quelques secondes	Structure générale
Soude	-	-	10g de NaOH 100 mL d'eau	Attaque électrolytique à 5V quelques secondes	Ferrite
Murakami	C3	98	10g de ferricyanure de potassium 10g de NaOH 100 mL d'eau	7 minutes à l'ambiante pour mettre en évidence les carbures	Les carbures se colorent en noir

Les échantillons ont pu être observés via un microscope optique, un microscope numérique ou via un microscope électronique à balayage (MEB).

IV.2. Influence de l'atmosphère de frittage sur les microstructures

IV.2.1. Phases et constituants à cœur

Une micrographie d'un échantillon imprimé et fritté sous hydrogène dans les conditions industrielles après attaque électrolytique à la soude est donnée en Figure 54. Sur cette image, les tâches circulaires de couleur noire sont des porosités, qui seront largement commentées dans le chapitre suivant. Les formes aciculaires et/ou de couleurs bleue ou marron, en revanche, attestent de la présence de ferrite delta. La présence de ferrite est relativement faible et les grains de ferrite sont généralement de petite taille, bien qu'il puisse y avoir des hétérogénéités locales comme illustré dans la Figure 54, où un gros grain de ferrite contenant de la phase σ est observé. Cette hétérogénéité est probablement attribuable à une ségrégation locale d'éléments alphas, peut-être présente dès le départ dans les poudres utilisées.

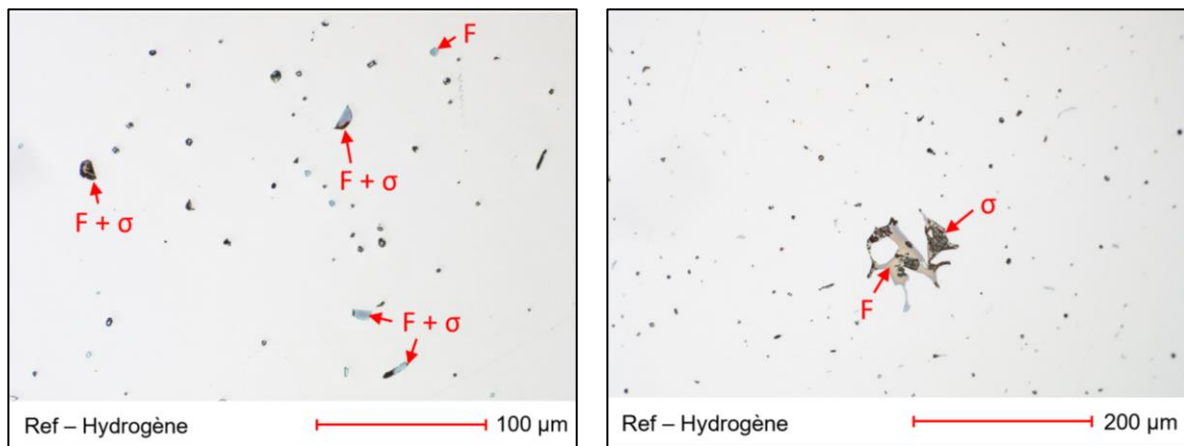


Figure 54 : Micrographies après attaque électrolytique à la soude d'un échantillon I3D fritté sous hydrogène (F = Ferrite ; σ = Phase sigma)

Les micrographies pour les frittages en condition NC-3 sont présentées ci-dessous (Figure 55). Pour les échantillons frittés argon et vide, les structures microscopiques se sont révélées être très similaires à la référence, présentant de la ferrite dans une matrice austénitique, avec quelques hétérogénéités locales. En revanche, aucune présence de ferrite n'a été détectée dans les échantillons frittés sous azote ou RH5. Les tâches noires sur les micrographies sont uniquement des porosités.

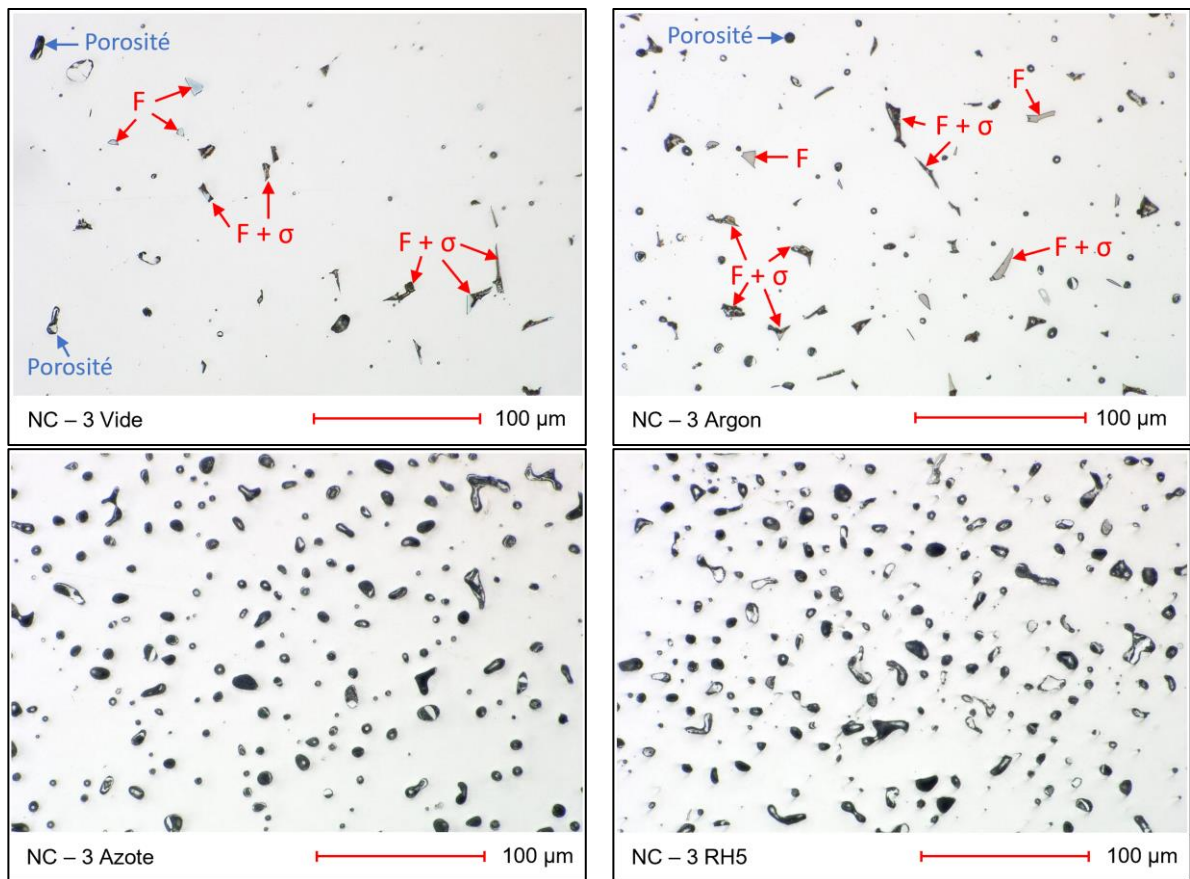


Figure 55 : Micrographies après attaque électrolytique à la soude des échantillons I3D frittés avec la condition NC – 3 (F = Ferrite ; σ = Phase sigma)

Cette disparité peut être attribuée à la présence d'azote dans ces échantillons, comme exposé dans la section précédente, qui stabilise l'austénite. Cette tendance est aisément illustrée à l'aide du *diagramme de DeLong*, qui, à la différence du *diagramme de Schaeffler*, intègre l'azote dans le « nickel équivalent ». Ce diagramme est présenté en Figure 56. Le rectangle rouge a été tracé en se basant sur les valeurs minimales et maximales des éléments chimiques fournies par le fournisseur (voir Tableau 8), sans considérer l'azote, tandis que le carré orange a été délimité en ajoutant les valeurs minimales et maximales d'azote trouvées dans les échantillons. Il est donc manifeste que la présence d'azote conduit à une matrice entièrement austénitique à température ambiante.

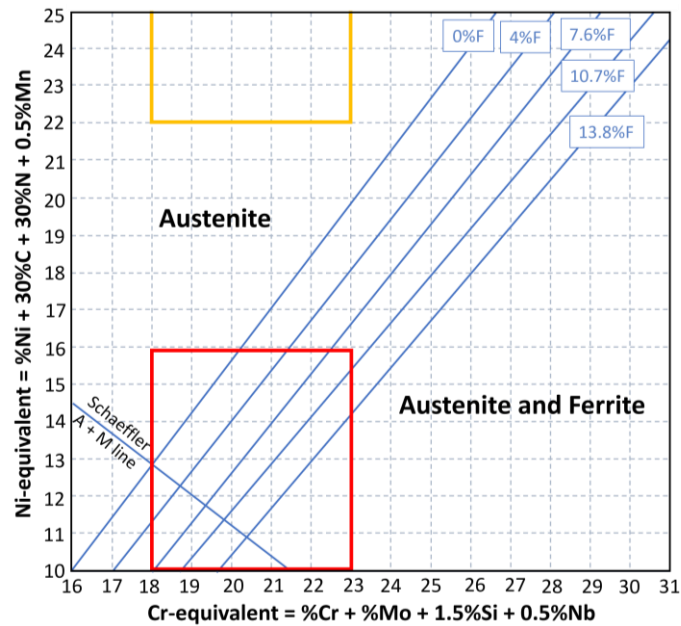


Figure 56 : Diagramme de Delong

En outre, la présence de la phase sigma est constatée dans la plupart des grains de ferrite, que ce soit lors des frittages sous hydrogène, argon ou vide. Cette phase est notable, par exemple, sur la Figure 57, où elle se distingue par une teinte plus sombre à l'intérieur du grain de ferrite. Il convient de rappeler que cette phase a tendance à se former lors d'une exposition prolongée à des températures comprises entre 600°C et 1000°C, surtout en présence de ferrite. Ainsi, la détection de la phase sigma dans cette étude n'est pas surprenante, étant donné que le processus de refroidissement est relativement lent (pour la référence), voire très lent pour les frittages réalisés dans les fours tubulaires.

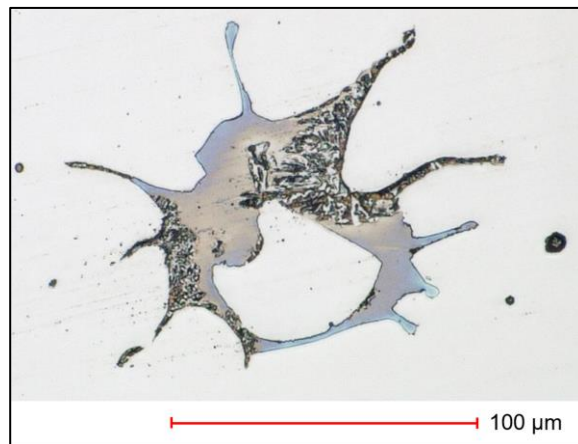


Figure 57 : Phase sigma dans de la ferrite

IV.2.2. Phases et constituants en surface

Les microstructures observées sont globalement homogènes au cœur des échantillons. Toutefois, elles peuvent présenter des disparités en surface.

Pour les échantillons frittés sous hydrogène, une forte présence de ferrite et de phase sigma est détectée à la surface, par rapport au cœur (Figure 58). Ce phénomène pourrait résulter d'un refroidissement plus

rapide de la surface par rapport au cœur de l'échantillon. La ferrite présente en surface à haute température n'a pas pu se transformer en austénite à cause d'un refroidissement trop rapide, figeant la ferrite à la surface, tandis que la ferrite présente à cœur se retransforme, partiellement, en austénite.

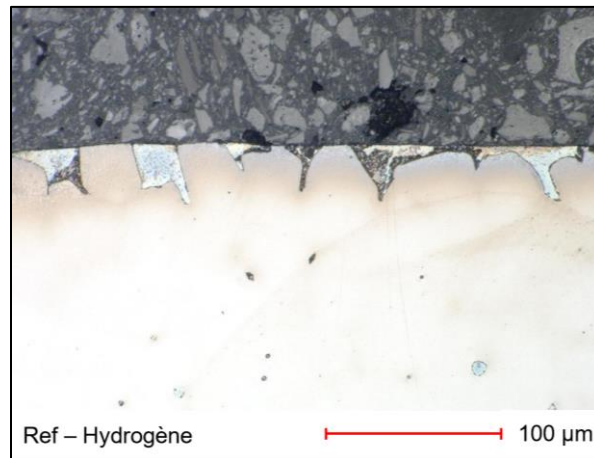


Figure 58 : Ferrite à la surface d'un échantillon I3D fritté sous hydrogène

Pour les échantillons frittés sous RH5 en condition NC-3, un constituant lamellaire bi-phasé est présent en surface (Figure 59), sur environ 250 µm de profondeur. Ce constituant sera étudié plus en détail dans la partie IV.3.2 du présent chapitre. L'aspect lamellaire de ce constituant laisse penser qu'il est le fruit d'une transformation eutectoïde comme l'est la perlite.

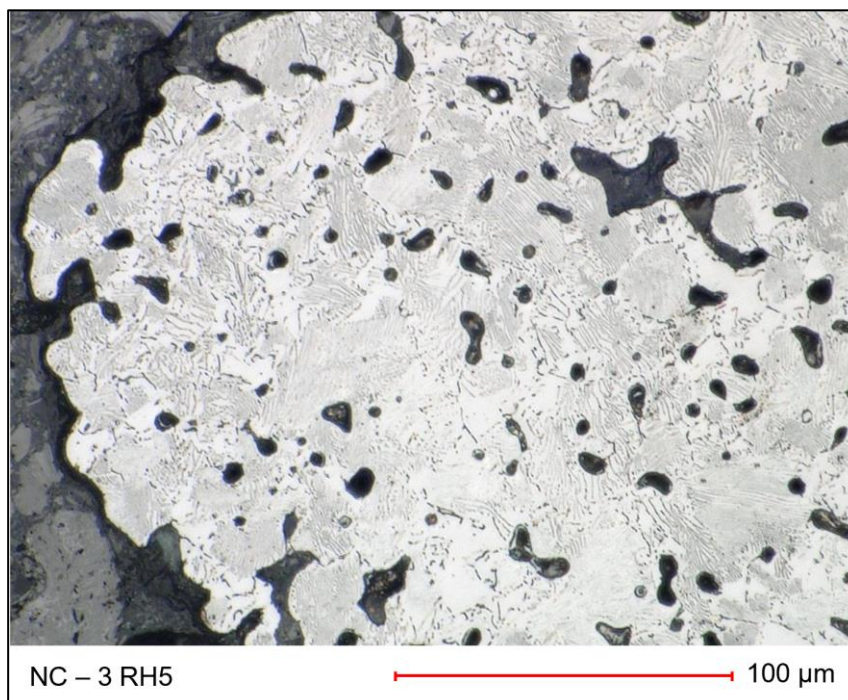


Figure 59 : Constituant lamellaire en surface pour un échantillon imprimé et fritté sous RH5 en condition NC-3

Concernant les frittages sous argon et sous azote avec la condition NC-3, aucune disparité de phases potentielle n'a pas pu être observée à cause de la profonde couche d'oxyde présente en surface (Figure

60), comme reporté dans la partie II.3.2.3. Enfin, sous vide, avec la condition NC-3, aucune différence n'a été observée entre la surface et le cœur des échantillons.

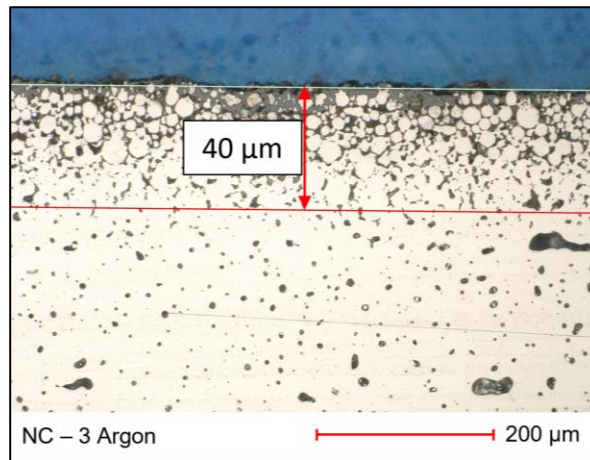


Figure 60 : Couche d'oxyde présente en surface des échantillons imprimés et frittés sous argon ou azote

IV.3. Influence du confinement et du procédé de mise en forme sur les microstructures

IV.3.1. Phases et constituants dans un environnement confiné

Les microstructures des échantillons imprimés et frittés sous vide et argon avec la condition C-1 sont similaires à la condition NC-3 pour les mêmes gaz : elles consistent en une matrice austénitique dans laquelle des traces de ferrite et de phase delta sont présentes. En revanche, les microstructures à cœur des échantillons frittés sous azote et RH5 ont complètement changé. En effet, le constituant lamellaire bi-phasé présent en surface des échantillons avec la condition NC-3 se retrouve à présent dans tout l'échantillon (Figure 61). Ce constituant est présent majoritairement en surface et autour des larges porosités en volume comme l'atteste la Figure 62. De plus, les lamelles qui apparaissent en noir sur la Figure 61 (a) mesurent moins d'un micromètre de largeur comme l'atteste l'image prise au MEB (Figure 61 (b)).

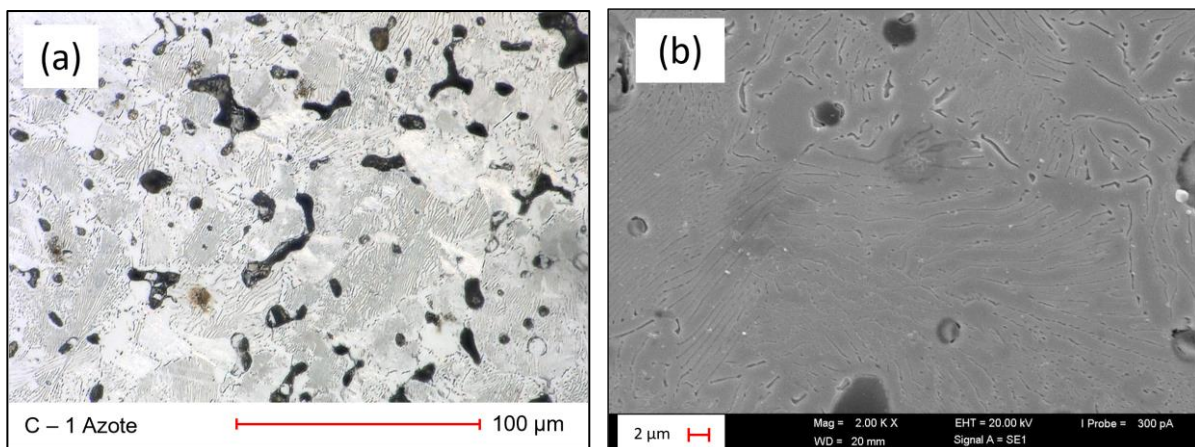


Figure 61 : Constituant lamellaire à cœur (a) vu au microscope numérique (b) vu au MEB ; pour des échantillons imprimés et frittés en condition C-1 sous azote ou RH5



Figure 62 : Répartition du constituant lamellaire pour des échantillons imprimés et frittés en condition C-1 sous azote ou RH5

IV.3.2. Examen du constituant lamellaire

IV.3.2.1. Analyse

Une analyse par micro-DRX a été réalisée¹⁵ sur un échantillon fritté sous RH5 en condition C-1 et donc présentant un pourcentage important de constituant lamellaire. Le principe est le même que la DRX classique mais elle permet des études à une échelle plus fine, avec un faisceau laser de 500x500 μm². Le spectre obtenu est présenté en Figure 63 et révèle de fortes proportions de ferrite et de nitrure de chrome de type Cr₂N, en plus de l'austénite. En outre, l'analyse a révélé la présence, en petite quantité, de nitrures de fer et de carbure de chrome CrC.

Le constituant lamellaire est donc un mélange de Cr₂N et de ferrite, communément observé dans les alliages Fe-Cr-Mn-Ni [163]. Ce constituant est appelé « perlite azotée » (*nitrogen pearlite*, en anglais) ou « fausse perlite » (*false pearlite*, en anglais). Cette perlite azotée est ainsi souvent reportée pour des aciers frittés sous atmosphère contenant de l'azote ou pour des aciers traités thermiquement sous azote mais elle n'est pas toujours constituée des mêmes éléments. Elle peut être formée entre autres de :

¹⁵ L'analyse de micro-DRX a été sous-traitée à Plateforme de Caractérisation Avancée de l'Institut Chevreul sur le Campus de l'Université de Lille. L'appareil utilisé est un diffractomètre Rigaku Smartlab à 6 cercles équipé d'une anode tournante (9kW) au cuivre (longueur d'onde Cu-Kalpha = 1.5418 Å).

- **Austénite** et nitrures de chrome Cr_2N [164–170]
- **Austénite** et nitrures de chrome CrN [171]
- **Ferrite** et nitrures de chrome CrN [172, 173]
- **Ferrite** et nitrures de chrome Cr_2N [166, 174–176]
- **Ferrite** et nitrures de fer Fe_4N [157, 177]
- **Ferrite** et nitrures de chrome-molybdène CrMoN_2 [178]

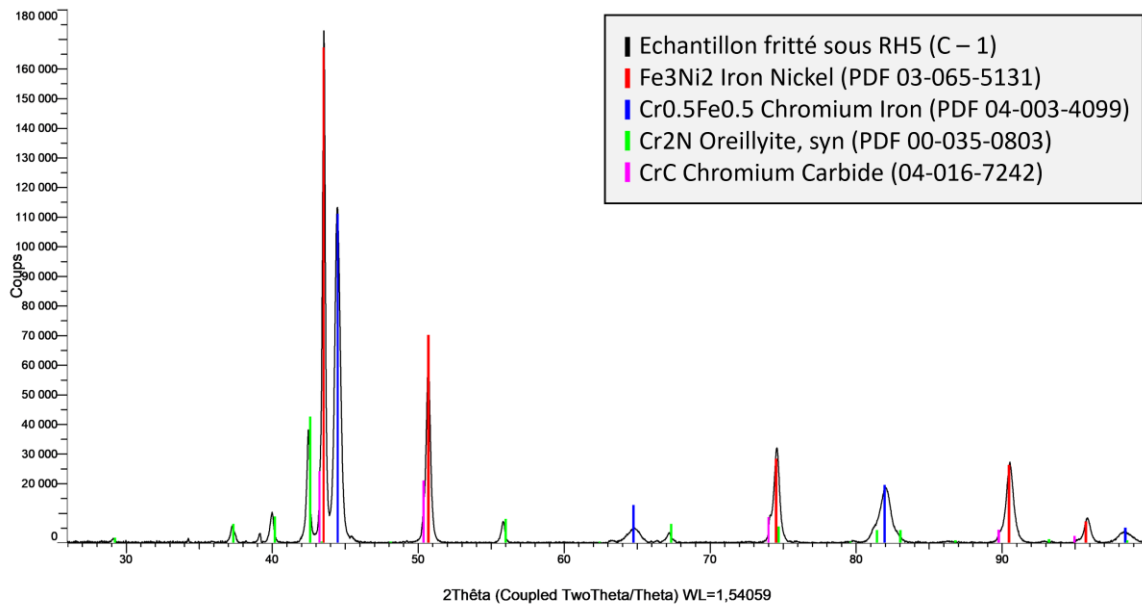


Figure 63 : Micro-DRX sur échantillon imprimé et fritté sous RH5 en condition C-1 contenant le constituant lamellaire

Les composants de cette perlite azotée dépendent de nombreux paramètres : de la composition initiale de l'alliage, de la température et du temps de maintien [179] et de la concentration d'azote dans le matériau. Comme mentionné dans l'état de l'art du chapitre 1, les nitrures de type Cr_2N se forment généralement à des concentrations en azote élevées, entre 0,1 et 0,4% en masse, tandis que les nitrures de type CrN se forment pour des concentrations inférieures à 0,1%. Cette observation est donc en accord avec un taux d'azote d'environ 0,4% présent dans nos échantillons. En outre, la quantité d'azote absorbée pendant le frittage diminue avec l'augmentation de la température, mais un refroidissement lent jusqu'à la température ambiante favorise la formation de nitrures de type M_2N , notamment Cr_2N [48].

IV.3.2.2. Mécanisme de formation

D'après les recherches bibliographiques, le mécanisme de formation de notre perlite azotée suivant est avancé :

- **Formation d'austénite expansée**

L'austénite s'enrichit en azote et entraîne une expansion de la maille cristalline. Cette austénite modifiée est appelée « austénite expansée » et est notée dans la littérature γ_{N} [172, 173, 180], γ' [169] ou γ_0 [175].

- **Précipitation de nitrures Cr_2N**

Lorsque l'austénite est saturée, il y a précipitation de nitrures de chrome de type Cr_2N . La formation de nitrures sous forme de lamelle est due à un mécanisme appelé « précipitation discontinue » (DP pour *Discontinuous Precipitation*) [165, 175, 178]. Elle s'oppose à la précipitation continue (CP pour *Continuous Precipitation*), qui implique la germination et la croissance de précipités individuels dans toute la matrice au fur et à mesure de la transformation. Les deux types de précipitations sont illustrées en Figure 64. Dans le cas d'un acier duplex contenant 25,1% Cr, 1,9% Mo, 5,5% Ni, 1,5% Si, 1,2% Mn, 0,03% C et 0,87% N en masse, la précipitation discontinue devient prédominante dans une plage de températures allant de 850°C à 1050°C [175].

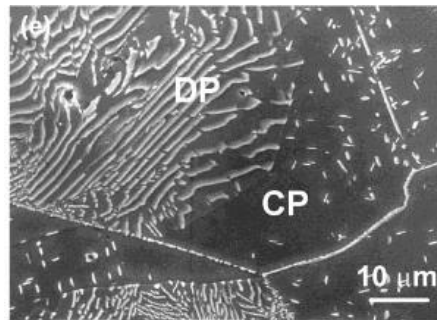


Figure 64 : Précipitations continue (CP) et discontinue (DP) de Cr_2N vues au MEB [175]

La précipitation discontinue commence par la germination de cristaux de Cr_2N aux joints de grains, suivie d'une croissance des précipités dans la matrice γ , qui perd progressivement de son contenu en soluté (chrome et azote). Ce processus est entraîné par la migration de la limite du grain appauvri en soluté dans un grain adjacent sursaturé (Figure 65). Cela crée une différence de composition entre la partie transformée et non transformée de la matrice à travers le joint de grain. La force motrice réside ainsi dans la différence d'enthalpie libre de part et d'autre du front de transformation [181].

Cette transformation produit des structures biphasées avec des lamelles alternées de la phase précipitée et de la matrice moins concentrée en soluté. Les mécanismes d'initiation de cette précipitation sont détaillés en annexe 1.

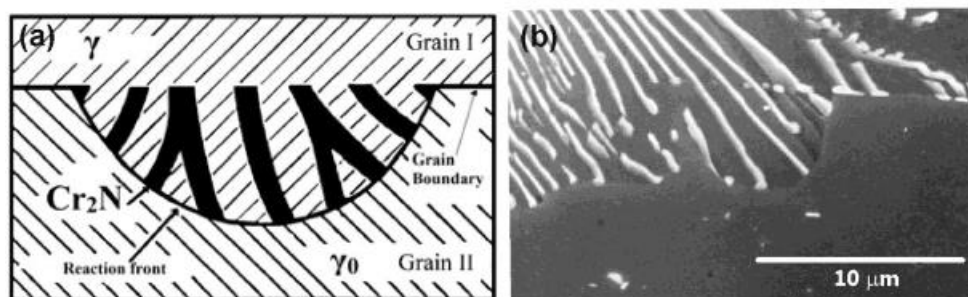


Figure 65 : (a) Représentation schématique de la précipitation discontinue, où γ_0 indique l'austénite sursaturée et γ correspond à l'austénite appauvrie en solutés (b) Exemple de front de précipitation de Cr_2N vu au MEB [175]

- **Transformation $\gamma \rightarrow \alpha$**

La formation de nitrures de chrome appauvrit la matrice en azote et tend à déstabiliser l'austénite malgré la consommation simultanée de chrome, élément alphagène. Cette déstabilisation entraîne la transformation de l'austénite en ferrite α [175, 180]. Dans les aciers inoxydables à haute teneur en azote, la ferrite peut se former pendant les traitements thermiques par :

(a) Transformation allotropique¹⁶ directe $\gamma \rightarrow \alpha$ [166]

(b) Transformation eutectoïde $\gamma \rightarrow (\text{Cr,Fe})_2\text{N} + \alpha$ [166, 176]

En outre, la précipitation préférentielle des nitrures de chrome (Cr_2N) aux interfaces α/γ favorise la croissance de la ferrite et augmente ainsi sa fraction volumique, entretenant ainsi la réaction de précipitation et la formation de la ferrite [165, 175].

IV.3.2.3. Rôle du carbone

L'examen des taux d'azote et de carbone en relation avec les microstructures révèle que notre perlite azotée se forme à cœur uniquement lorsque les concentrations de ces deux éléments sont simultanément élevées. En effet, le Tableau 12, dans lequel les concentrations de carbone et d'azote ont été reportés, montre que :

- La présence de perlite azotée au cœur des échantillons est associée aux processus de frittage sous azote et RH5 avec la condition C-1, où à la fois les taux de carbone et d'azote sont élevés.
- La perlite azotée n'apparaît pas lors des processus de frittage sous argon avec la condition C-1, malgré un taux de carbone élevé, confirmant ainsi l'importance de l'azote dans sa formation. La perlite azotée n'apparaît pas lors des processus de frittage sous azote et RH5 avec la condition NC-3, malgré un taux d'azote élevé, confirmant ainsi l'importance du carbone dans sa formation.

Tableau 12 : Relation entre taux d'azote et de carbone et formation de perlite azotée

Condition	Gaz	Taux des éléments (% massique)	Présence de perlite-like à cœur
Condition C-1	Azote ou RH5	<ul style="list-style-type: none"> • %C = 0,06% • %N = 0,4 - 0,5% 	Oui
	Argon	<ul style="list-style-type: none"> • %C = 0,06% • %N = 0,01% 	Non
Condition NC-3	Azote ou RH5	<ul style="list-style-type: none"> • %C = 0,01 - 0,02% • %N = 0,4% 	Non

Ainsi, il semblerait donc que le carbone joue un rôle dans la formation de la perlite azotée. Ce rôle est probablement multiple :

¹⁶ Une transformation allotropique est un changement de phase dans lequel un élément chimique change de structure cristalline en fonction de la température et/ou de la pression, tout en restant dans le même état physique (solide, liquide ou gazeux).

- Le carbone et l'azote ayant sensiblement le même rayon atomique, ils occupent les mêmes sites interstitiels. Par conséquent, le carbone limite la solubilité de l'azote qui forme plus facilement des nitrures.
- Le carbone forme des carbures, dans notre cas des carbures de chrome CrC, qui peuvent agir comme sites de germination pour la précipitation de nitrures de chrome (Cr₂N). La présence de carbures crée ainsi des interfaces supplémentaires où les nitrures peuvent se former [182].

Les échantillons frittés sous azote et RH5 avec la condition NC-3, présentent de la perlite azotée uniquement en surface. Cela peut s'expliquer par les gaz carbonés qui, cette fois, stagnent dans le tube en alumine donc dans un volume plus grand. En effet, bien que le tube possède une sortie de gaz et qu'un balayage de gaz soit effectué en permanence, la sortie est petite donc les gaz s'évacuent lentement et sont malgré tout présents pendant le frittage. Le volume du tube en alumine est bien plus conséquent que le volume des creusets donc la pression partielle en gaz carbonés est beaucoup plus faible dans le tube. Par conséquent, il est probable que le carbone diffuse uniquement en surface, menant à la formation du constituant bi-phasé uniquement en surface.

IV.3.3. Influence du procédé de mise en forme sur les microstructures en environnement confiné

Les microstructures des échantillons produits par MIM et frittés sous hydrogène ou sous vide et argon dans un environnement confiné sont les mêmes que celles des pièces imprimées. Toutefois, pour les frittages sous azote et RH5, la microstructure diffère légèrement en raison de la répartition différente de la perlite azotée. Dans les pièces imprimées, la perlite azotée se retrouve partout dans l'éprouvette, avec une concentration toutefois plus importante à la surface et autour des larges porosités. En revanche, dans les pièces injectées, la perlite azotée reste très présente en surface (carrés rose et bleu sur la Figure 66) mais apparaît à cœur de façon moins récurrente, avec parfois des zones qui en sont totalement dépourvues (carrée jaune sur la Figure 66).

Cette différence avec les pièces imprimées peut probablement s'expliquer par un taux d'azote inférieur dans les pièces produites par MIM moins poreuses que celles imprimées, ce qui limite la diffusion de l'azote et mène à une moindre formation de perlite azotée.

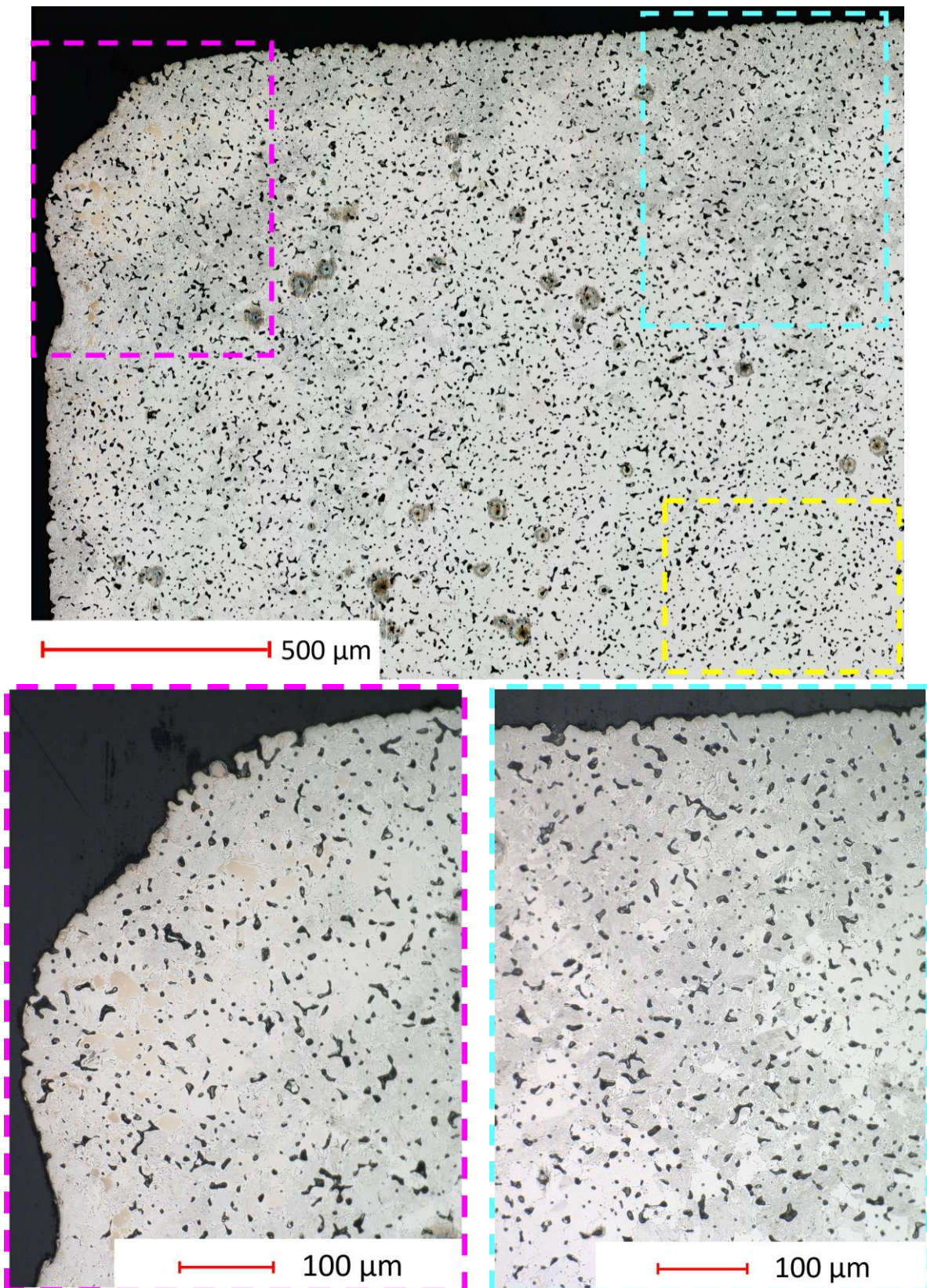


Figure 66 : Perlite azotée sur des échantillons MIM en surface (Carrés rose et bleu = présence de perlite azotée ; carré jaune = absence de perlite ; les taches noires sont des porosités et les brunes sont des artefacts)

IV.4. Influence des conditions de frittage sur la taille et morphologie des grains

La littérature a révélé que la taille et la morphologie des grains pouvait varier en fonction de l'atmosphère de frittage. Par conséquent, dans la suite sera présentée une analyse de la taille des grains en fonction des conditions de frittage, pour des échantillons imprimés

IV.4.1. Méthode

La qualité de l'attaque électrolytique et/ou des images n'a pas permis de traiter aisément les images de façon automatique via un logiciel. La taille de grains a donc été calculée manuellement en utilisant le logiciel *imageJ* en redessinant chaque contour de grain à la main et en calculant l'aire résultante. Les grains ont ensuite été supposés sphériques, ce qui a permis de calculer un diamètre moyen. Cette méthode a été appliquée au minimum à deux images pour chaque atmosphère, ce qui représente au minimum 140 grains analysés par atmosphère. Cette méthode présente plusieurs inconvénients : elle dépend de la qualité de l'attaque, et parfois certains joints ne sont pas correctement attaqués, ce qui peut donner l'impression d'un gros grain alors qu'il s'agit en réalité de deux grains distincts. De plus, les grains ayant une taille inférieure à une vingtaine de micromètres sont difficiles à identifier. Par conséquent, il subsiste une incertitude concernant les valeurs extrêmes des tailles de grains.

IV.4.2. Résultat

Des exemples de micrographies obtenues après attaque électrolytique au HNO_3 sont donnés en Figure 67 pour le frittage sous hydrogène et Figure 68 pour les frittages en condition C-1. Comme attendu, les grains sont équiaxes et présentent, pour beaucoup, des macles.

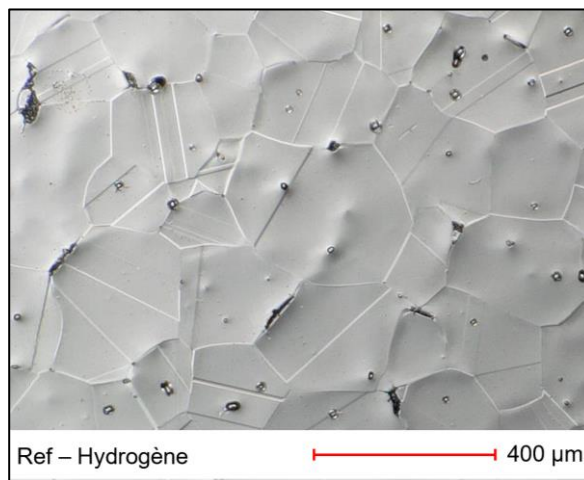


Figure 67 : Micrographie d'un échantillon imprimé et fritté sous hydrogène en condition industrielle

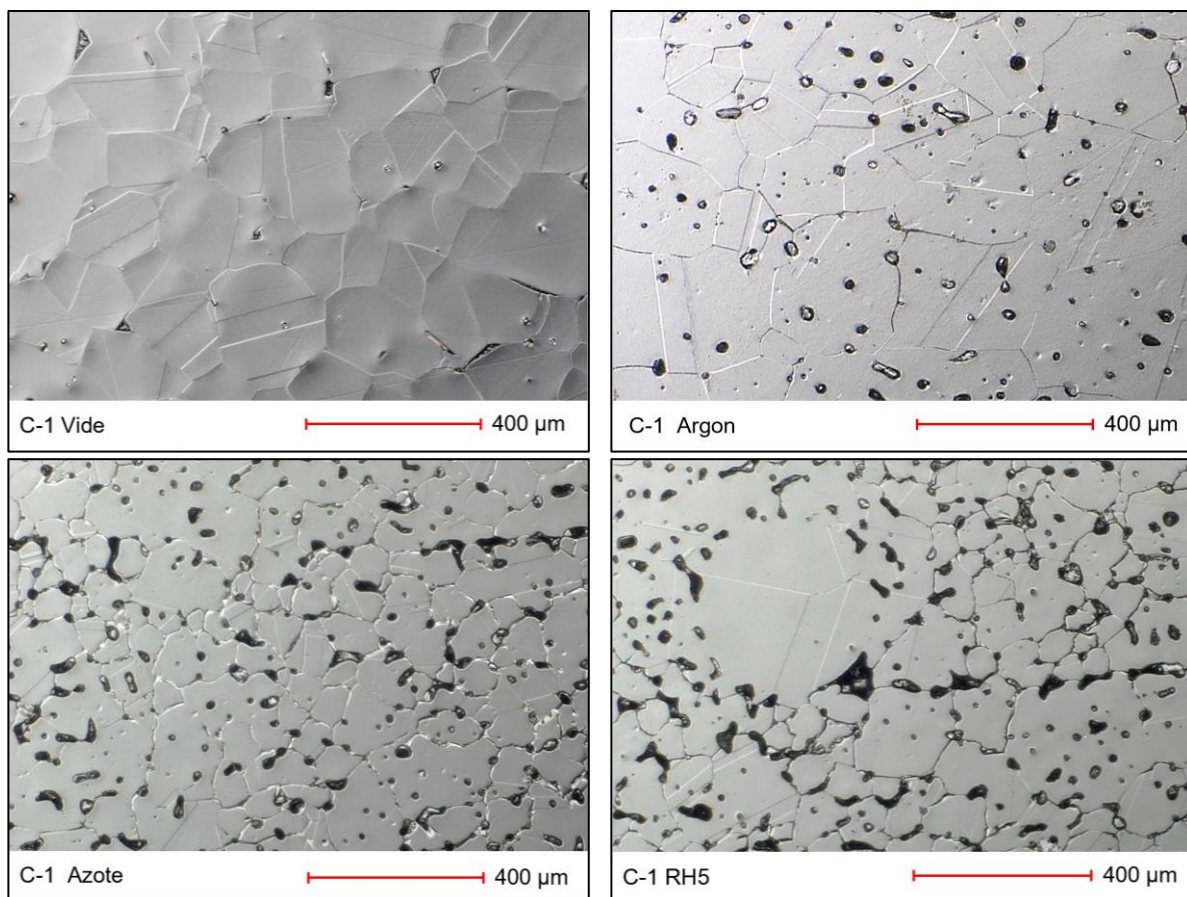


Figure 68 : Micrographies d'échantillons imprimés et frittés en condition C-1 sous différentes atmosphères

La Figure 69 illustre les diamètres moyens calculés, en fonction des environnements de frittage. Tous les environnements ont mené à des grains de taille en accord avec la littérature (voir Tableau 13).

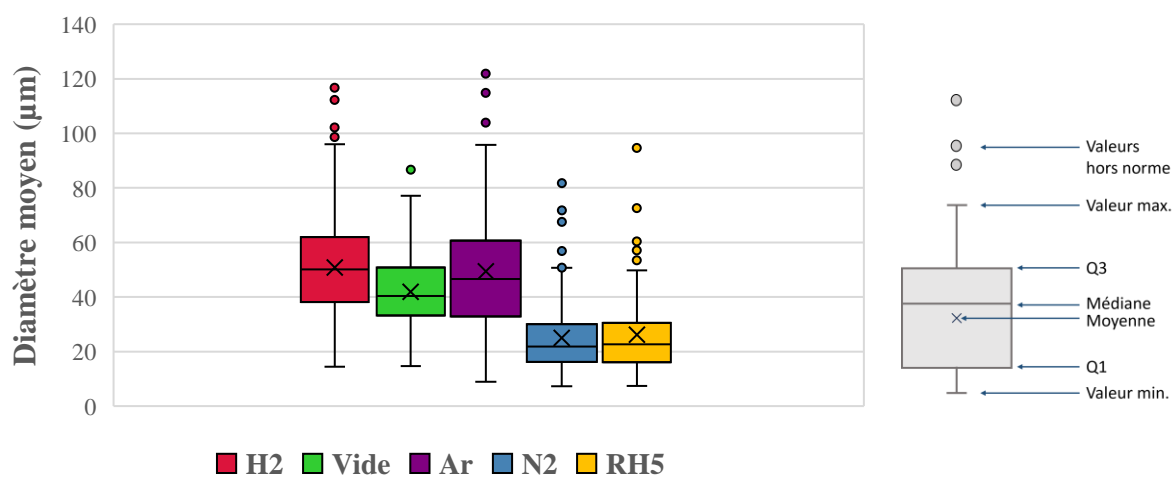


Figure 69 : Diamètres moyens d'échantillons imprimés et frittés en conditions C-1 sous différentes atmosphères (diagrammes moustaches)

Pour la référence (hydrogène), la médiane et la moyenne des grains sont d'environ 50 µm. L'intervalle interquartile (IQR) est relativement large, indiquant une dispersion modérée des tailles de grains. Quelques grains exceptionnellement grands, dépassant 95 µm, sont observés. Cette distribution est

similaire à celle obtenue sous argon, où la moyenne et la médiane sont autour de 48 μm . Cependant, l'IQR plus large sous argon suggère une variabilité plus grande des tailles de grains. En ce qui concerne le vide, la moyenne et la médiane se situent autour de 40 μm . L'IQR montre une dispersion plus étroite, indiquant une variabilité réduite dans la taille des grains, ce qui est corroboré par la quasi-absence de grains anormalement grands ou petits.

Les frittages sous azote ou RH5 ont abouti à des grains beaucoup plus petits, avec une moyenne de 26 μm et une médiane de 22 μm . La moyenne plus élevée que la médiane suggère une distribution asymétrique avec une queue vers les grandes valeurs, indiquant que quelques grains exceptionnellement grands augmentent la moyenne, tandis que la majorité des grains sont relativement petits.

IV.4.3. Discussion

L'hydrogène et l'argon semblent mener à des tailles de grains similaires. Sous hydrogène, la réduction des oxydes permet une diffusion plus facile des atomes, ce qui favorise la croissance des grains de façon homogène. Pour l'argon, la distribution plus large des grains est peut-être due à la présence d'oxydes non réduits qui peuvent bloquer la croissance des grains et mener à des tailles plus hétérogènes. En outre, en l'absence de réactions chimiques, la croissance des grains sous argon est principalement gouvernée par les mécanismes de diffusion thermiquement activés. La variabilité plus grande observée sous argon est donc peut être due à des gradients de température différents à cause des technologies de four différentes, les fours à cornues industriels ayant une distribution thermique plus homogène.

L'absence de gaz (frittage sous vide) semble mener à une croissance des grains plus homogène, suggérant une diffusion plus uniforme des atomes. Les grains restent plus petits et plus uniformes en taille en raison de l'absence de gaz qui pourrait créer des porosités ou d'autres défauts.

Enfin, pour les atmosphères contenant de l'azote, la formation de nitrures tend à inhiber la croissance des grains, car ces barrières à la diffusion limitent le mouvement des atomes. Cela conduit à des grains plus petits. La distribution asymétrique observée (moyenne plus élevée que la médiane) peut être due à des grains exceptionnellement grands où les nitrures ne se sont pas formés de manière uniforme, permettant une croissance localisée plus grande. La présence d'hydrogène ne semble pas avoir d'influence puisque la répartition des grains est identique entre les frittages sous azote et sous RH5, contrairement à l'étude de Li *et al.* [148]. En effet, les auteurs avaient rapporté que, dans une atmosphère de frittage N_2+H_2 , l'hydrogène ne réduit que certains oxydes et nitrures, entraînant dans leur étude des tailles de grains différentes entre les parties réduites et non réduites de l'échantillon. Cette différence est peut-être due à un pourcentage d'hydrogène différents entre les études, bien que les auteurs ne précisent pas les proportions dans leur mélange.

IV.5. Influence du cycle thermique sur les microstructures

IV.5.1. Influence du temps et de la température

Le cycle thermique utilisé jusqu'alors pour le frittage est celui recommandé par le fournisseur de la matière première qui est optimisé pour des pièces produites par MIM. Cependant, il est connu que les pièces vertes fabriquées selon le procédé MIM-like présentent davantage de porosités en raison de la méthode de dépôt couche par couche. En conséquence, ces pièces vertes imprimées sont généralement moins denses que celles obtenues par injection. Il est donc intéressant de modifier la température et/ou le temps de frittage des pièces MIM-like pour voir s'il est possible d'accroître leur densité. Toutefois, cette potentielle augmentation de densité ne doit pas compromettre l'intégrité matière et/ou les propriétés mécaniques. Ainsi, l'influence de la température et du temps de frittage sur les microstructures sera discutée dans la suite. Les densités et propriétés mécaniques en revanche seront abordées dans le chapitre suivant. L'environnement sélectionné est le frittage sous vide (précédé d'un déliantage thermique sous azote) car il a donné les meilleurs résultats en termes de taille et de distribution des grains, ainsi qu'une microstructure similaire à celle obtenue par le frittage de référence sous hydrogène. Les différentes températures et temps étudiés sont les suivants :

- 1360°C – 2h (cycle de référence)
- **1380°C – 2h**
- 1360°C – **4h**
- **1380°C – 4h**

IV.5.1.1. Taux de ferrite

Un exemple de micrographies obtenues après attaques électrolytique à la soude en fonction du temps et de la température de frittage est donné en Figure 70.

Le taux de ferrite a été calculé à l'aide du logiciel *imageJ* sur des images prises au microscope numérique, au grossissement x1000. Le protocole est présenté en annexe 2. Seules les particules dont la taille est supérieure à 20 μm^2 ont été incluses dans l'analyse, car il est difficile de déterminer avec certitude si une particule est de la ferrite ou non lorsqu'elle est plus petite. En outre, la phase sigma n'a pas été différenciée de la phase ferrite.

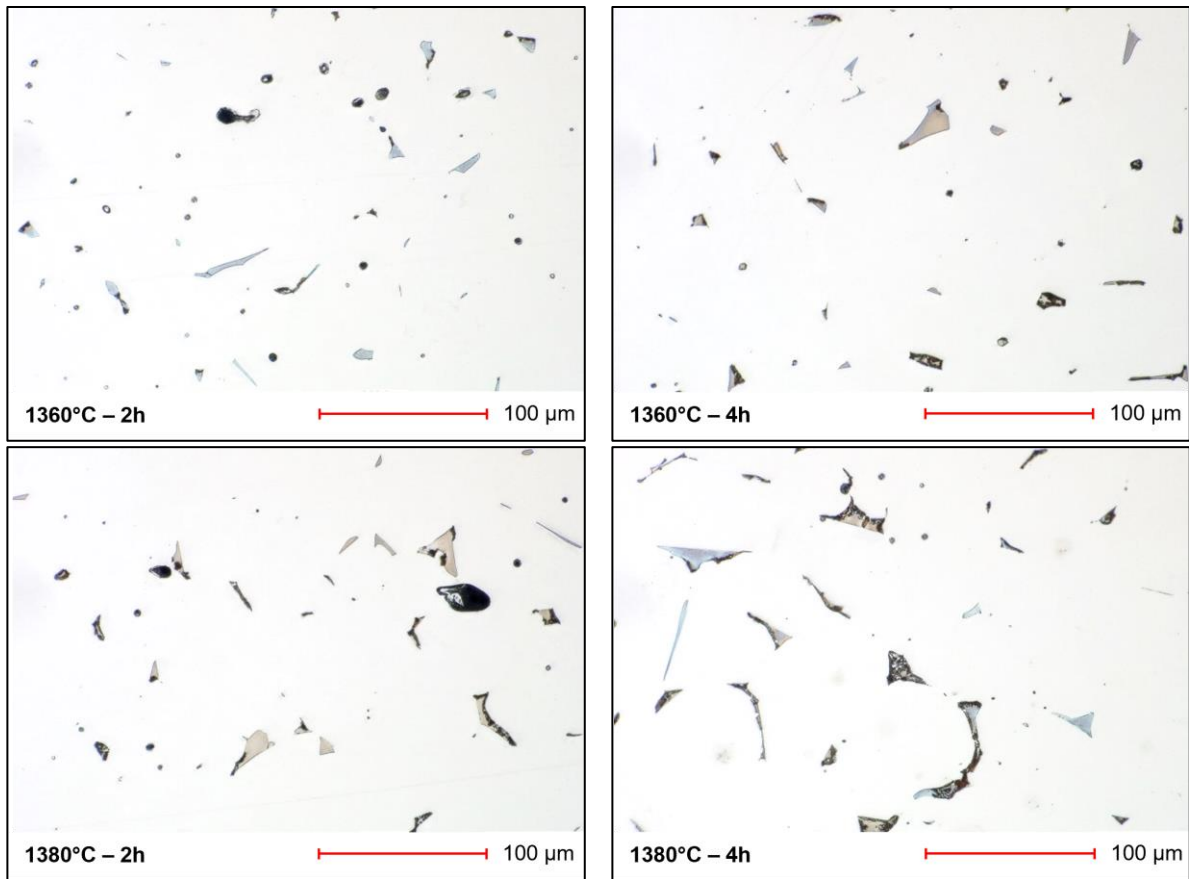


Figure 70 : Micrographies après attaque électrolytique à la soude d'échantillons imprimés et frittés sous vide en fonction du temps et de la température de frittage

La Figure 71 illustre l'aire globale moyenne occupée par la ferrite et la taille moyenne des grains de ferrite en fonction des cycles.

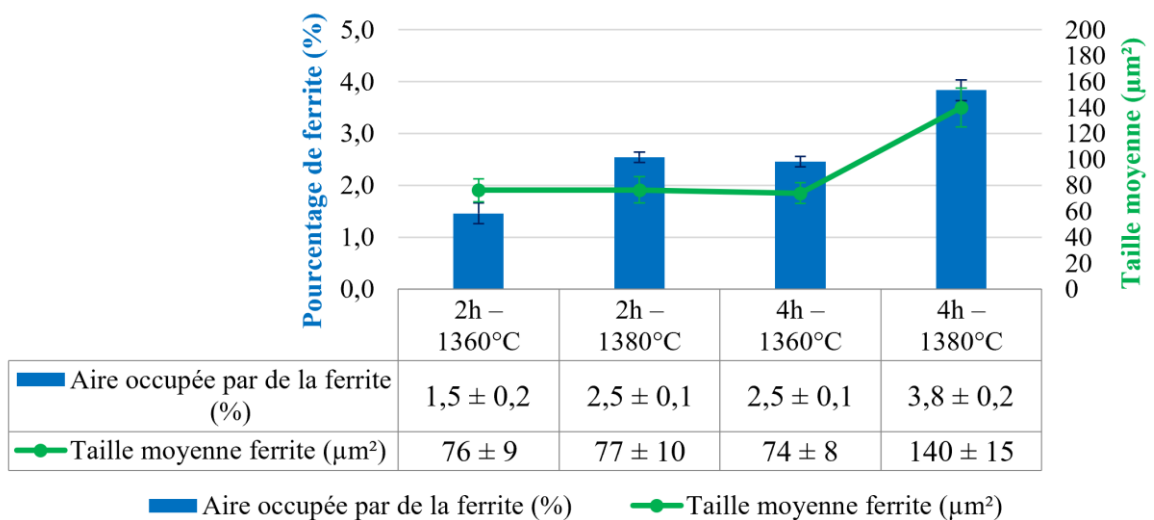


Figure 71 : Aire moyenne globale occupée par de la ferrite (et phase sigma) et taille moyenne des particules en fonction de la température et du temps de frittage pour un frittage sous vide

Les résultats mettent en évidence une augmentation de la teneur en ferrite en fonction de l'élévation de la température et/ou de la prolongation du temps de frittage, en accord avec les résultats rapportés dans la littérature. L'élévation de la température de 20°C ou l'augmentation du temps de frittage de 2h

semblent avoir un impact similaire, car dans les deux cas, l'augmentation de l'aire occupée par de la ferrite est identique, avec une taille d'éléments sensiblement équivalente. Toutefois, il est important de souligner que l'augmentation de l'aire occupée par de la ferrite n'est pas accompagnée d'une augmentation de la taille moyenne des grains. Ceci suggère que l'accroissement du taux de ferrite est dû à une augmentation du nombre de grains plutôt qu'à une croissance des grains existants. En effet, cette observation est corroborée par les données montrant que le nombre moyen de grains de ferrite par image passe de 17 pour le frittage de référence (2h à 1360°C) à 30 pour les frittages intermédiaires (2h à 1380°C et 4h à 1360°C).

En revanche, les échantillons frittés pendant 4h à 1380°C présentent à la fois un taux de ferrite plus élevé et une taille moyenne de grains de ferrite plus grande. Cela indique qu'il y a à la fois plus de grains de ferrite et que ces grains sont en moyenne plus gros par rapport aux autres cycles. Il est donc probable que l'élévation combinée de la température et du temps de frittage entraîne la formation de nouveaux grains de ferrite, comme précédemment, et qu'un certain nombre de grains coalescent, augmentant ainsi la taille moyenne. En effet, le nombre moyen de grains de ferrite par image est réduit à 24 dans ces conditions, ce qui indique une diminution du nombre total de grains en raison de cette coalescence.

IV.5.1.2. Taille des grains d'austénite

Dans la littérature, il est reporté que l'augmentation du temps et/ou de la température de frittage peut entraîner le grossissement des grains. Or, il est important de veiller à ce que cet accroissement ne soit pas trop important afin de ne pas dégrader les propriétés mécaniques, notamment la dureté et la limite d'élasticité. Ainsi, la taille des grains d'austénite est étudiée dans la suite en fonction du temps et de la température de frittage, avec la même méthode que précédemment. Toutefois cette fois la méthode a été appliquée à 4 images par cycle car la différence potentielle de taille est cette fois moins évidente (Figure 72). Cela représente donc entre 300 et 400 grains analysés par cycle thermique.

Le Tableau 13 fournit les diamètres moyens et valeurs d'écart-types trouvés pour chaque condition. Il met en évidence l'augmentation du diamètre moyen sous l'action de la température et du temps de frittage. Toutefois, les résultats indiquent qu'une augmentation du temps de frittage a un effet plus significatif sur la taille des grains qu'une augmentation de la température, particulièrement observable pour les frittages à 1380°C.

Tableau 13 : Diamètre moyen (μm) des grains d'austénite et écarts-types en fonction du temps et de la température

	1360°C	1380°C
2h	40 ± 13	41 ± 14
4h	46 ± 15	54 ± 15

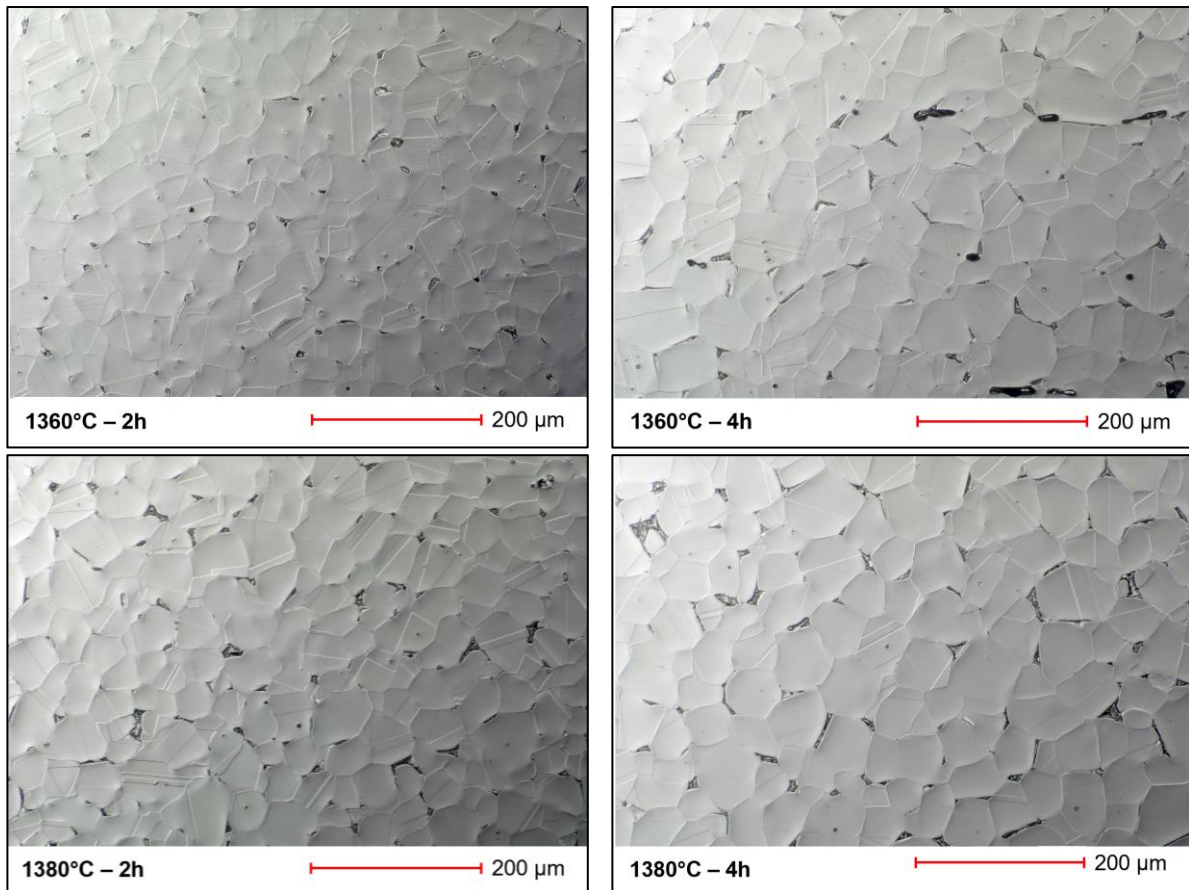


Figure 72 : Micrographies révélant la taille des grains en fonction du temps et de la température de frittage pour un frittage sous vide

La Figure 73 complète l'analyse en montrant la distribution des diamètres moyens des grains pour les différentes conditions de frittage. Ainsi, il est possible de dire que la distribution est :

- relativement étroite, centrée autour de 35-45 µm pour le frittage de **2h à 1360°C (barres vertes)**.
- similaire à celle à 1360°C mais légèrement décalée vers des diamètres plus grands, centrée autour de 40-50 µm pour le frittage de **2h à 1380°C (barres grises)**.
- plus large et centrée autour de 45-55 µm, avec une fréquence plus élevée de grains de diamètre plus grand pour le frittage de **4h à 1360°C (barres oranges)**.
- la plus large et la plus décalée vers les diamètres plus grands, centrée autour de 50-60 µm, avec une présence notable de grains encore plus grand pour le frittage de **4h à 1380°C (barres bleues)**.

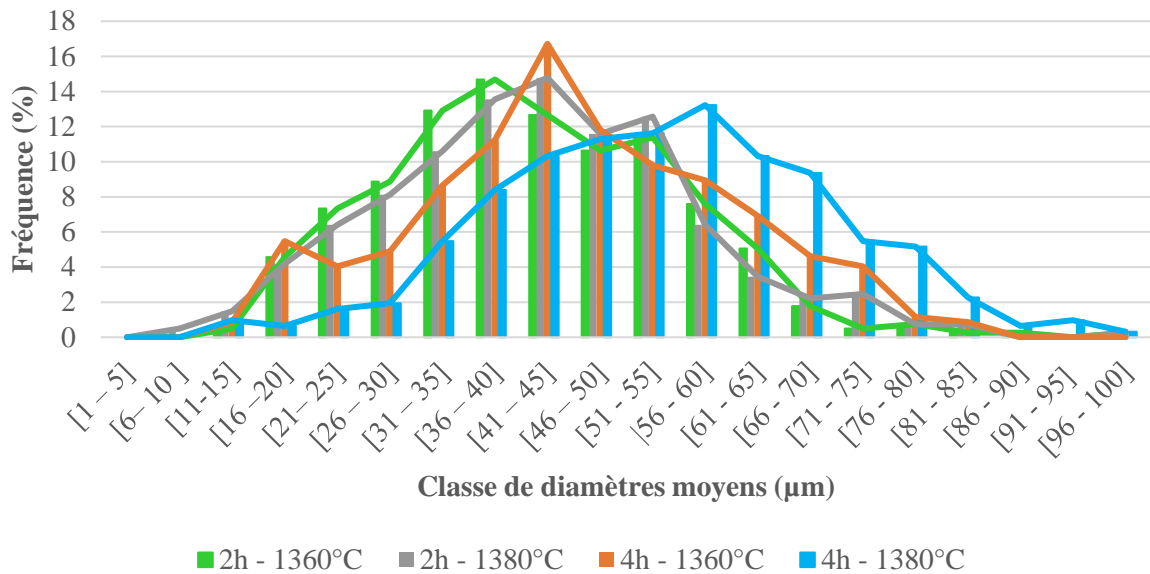


Figure 73 : Répartition des diamètres moyens des grains d'austénite

La croissance des grains suit une cinétique qui dépend à la fois de la température et du temps. À des températures plus élevées, les atomes ont une mobilité plus grande, la diffusion est ainsi plus rapide, ce qui explique pourquoi les grains sont plus gros à 1380°C qu'à 1360°C pour des durées de frittage identiques. De même, une durée de frittage prolongée permet une croissance accrue des grains, car les atomes disposent de plus de temps pour diffuser. Pour minimiser la croissance des grains tout en assurant une bonne densification, il est donc crucial de trouver un équilibre optimal entre un temps et une température de frittage suffisamment élevés pour garantir la densification et suffisamment réduits pour limiter la croissance des grains.

IV.5.2. Influence de la vitesse de refroidissement

Le four industriel du CRITT Matériaux Innovation ne possède pas de système permettant de contrôler le refroidissement. Les données enregistrées par l'Eurotherm¹⁷ ont permis de déterminer que ce four refroidit à environ 20°C/min de 1380°C à 500°C puis à environ 10°C/min jusqu'à température ambiante.

Afin de comprendre l'influence de la vitesse de refroidissement sur les phases et constituants, un échantillon provenant du CRITT a été étudié. Cet échantillon, fabriqué avec le même feedstock de chez PolyMIM®, a été fritté sous hydrogène à 1380°C pendant 3 heures, puis refroidi rapidement, et sera appelé « échantillon I » (pour Industriel). Ce refroidissement est au moins 4 fois plus rapide que celui des échantillons frittés dans les fours tubulaires de laboratoire. Il est comparé à un échantillon de la présente étude, fritté sous vide à 1380°C pendant 4 heures, désigné comme « échantillon L » (pour Laboratoire).

¹⁷ Régulateur de température

Les micrographies comparatives sont données en Figure 74. Bien que l'échantillon I ait été fritté pendant une heure de moins, il présente une proportion de ferrite plus élevée que l'échantillon L, mesurées respectivement à 10% et 4%. Les microstructures sous vide et hydrogène ayant donné des microstructures très similaires (partie IV.2.1), il est supposé que les différences entre les échantillons I et L ne sont pas dues à une atmosphère différente. Il est probable qu'à 1380°C l'échantillon L présentait plus de ferrite que l'échantillon I mais, de par le refroidissement lent, une plus grosse quantité de ferrite a pu se transformer en austénite pour l'échantillon L. En outre, contrairement à l'échantillon L, l'échantillon I ne présente pas de phase sigma à l'intérieur des grains de ferrite. Cette constatation, à l'instar de la précédente, est conforme à la littérature, laquelle précise que cette phase se développe lors d'une exposition prolongée à des températures situées entre 600°C et 1000°C (voir chapitre 1) ou pendant un refroidissement lent [152]. Ainsi, un refroidissement rapide entraîne, à température ambiante l'augmentation de la quantité de phase ferritique, ainsi que l'absence de la phase sigma pour l'échantillon I.

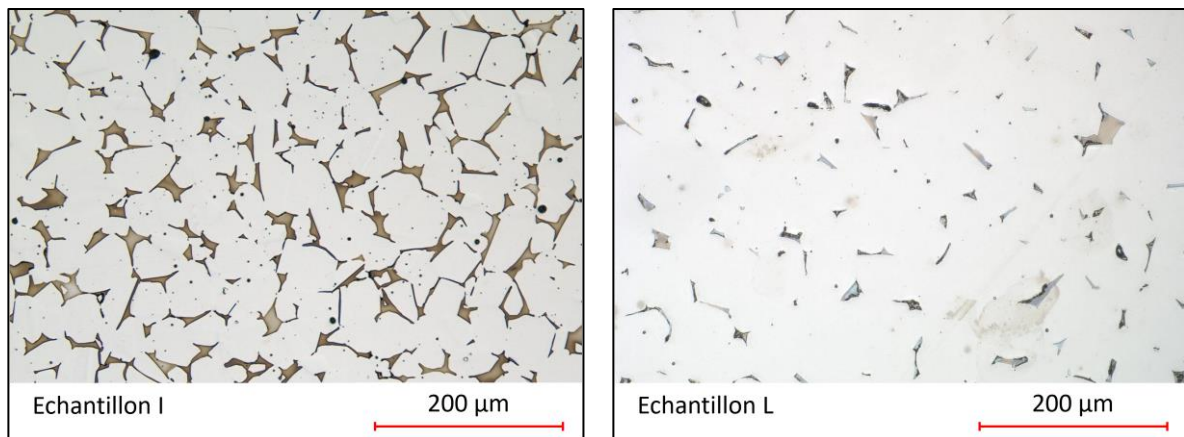


Figure 74 : Ferrite pour un refroidissement rapide (Echantillon I) et lent (Echantillon L)

IV.6. Optimisation des microstructures et de la composition chimique

Dans le chapitre 1, il a été exposé que les phases autre que l'austénite sont souvent non souhaitables car elles peuvent diminuer la résistance à la corrosion des pièces, et potentiellement affecter les propriétés mécaniques. En outre, il a été montré dans la partie III.2 que, excepté dans le cas d'un frittage sous vide, les échantillons frittés en environnement confiné possèdent un taux de carbone trop élevé par rapport aux différentes normes. Par conséquent, plusieurs pistes ont été explorées afin d'éliminer les phases et constituants indésirables et/ou de limiter l'enrichissement en carbone.

IV.6.1. Optimisation en faisant varier le débit de gaz

La condition NC-3 permet d'éviter l'enrichissement en carbone mais n'est pas viable sous argon ou azote à cause de la formation d'oxydes et de la déformation des pièces. Des essais supplémentaires ont donc été effectués avec différents débits d'argon, le débit de référence en condition NC-3 étant de 2L/min.

Les résultats ont montré que les débits de 1, 4 ou 6 L/min n'ont pas permis de supprimer les oxydes. Le seul débit testé ayant conduit à la disparition des filaments d'oxyde est de 0,7 L/min. Toutefois, les éprouvettes frittées avec ce débit sont noires, non brillantes, et l'analyse chimique a révélé une concentration massique de carbone trop élevée, atteignant 0,1%. Par conséquent, la variation du débit ne constitue pas une solution adéquate pour s'affranchir du problème d'enrichissement en carbone.

IV.6.2. Optimisation via un palier de vide après déliantage thermique

Etant donné que les échantillons frittés sous vide dans un environnement confiné n'ont pas été enrichis en carbone, cela signifie que ce dernier permet d'éliminer les gaz carbonés qui stagnent dans les creusets en alumine. Ainsi, une solution à envisager pour éviter l'enrichissement en carbone et la formation du constituant lamellaire bi-phasé est de faire un palier de vide après l'étape de déliantage, comme présenté en Figure 75. Ainsi, trois nouveaux tests ont été réalisés en environnement confiné :

- Un déliantage et frittage sous **argon** avec un palier de vide de **12 min**
- Un déliantage et frittage sous **RH5** avec un palier de vide de **18 min**
- Un déliantage et frittage sous **azote** avec un palier de vide de **42 min**

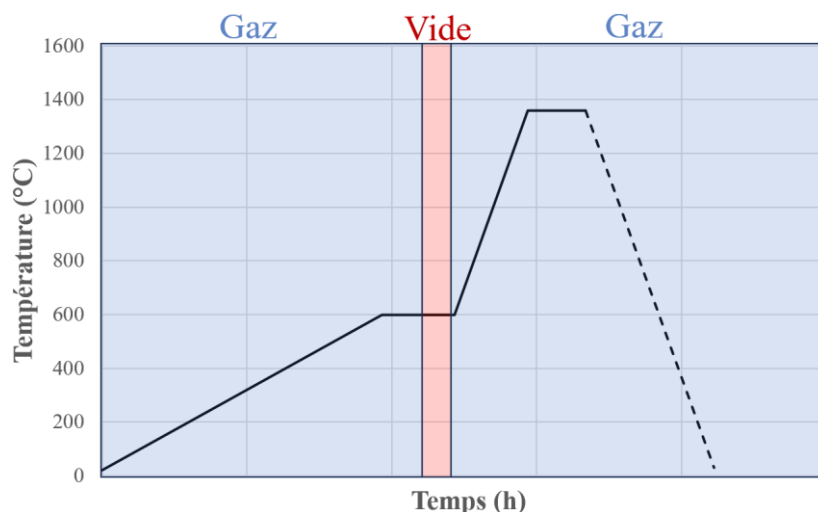


Figure 75 : Illustration du cycle thermique avec un palier de vide

Les taux de carbone analysés après ces expériences sont donnés en Figure 76, en comparaison avec les taux présentés précédemment, sans les paliers de vide. L'analyse du graphique permet de dire que les divers paliers de vide ont permis de baisser les taux de carbone dans les échantillons mais également ont permis de réduire les dispersions entre les échantillons, comme le montre la réduction des écart-types. Les paliers de 12 et 18 minutes ne sont pas suffisants pour éliminer de façon efficace les gaz carbonés mais le palier de 42 min permet de se rapprocher du taux de carbone de 0,03%.

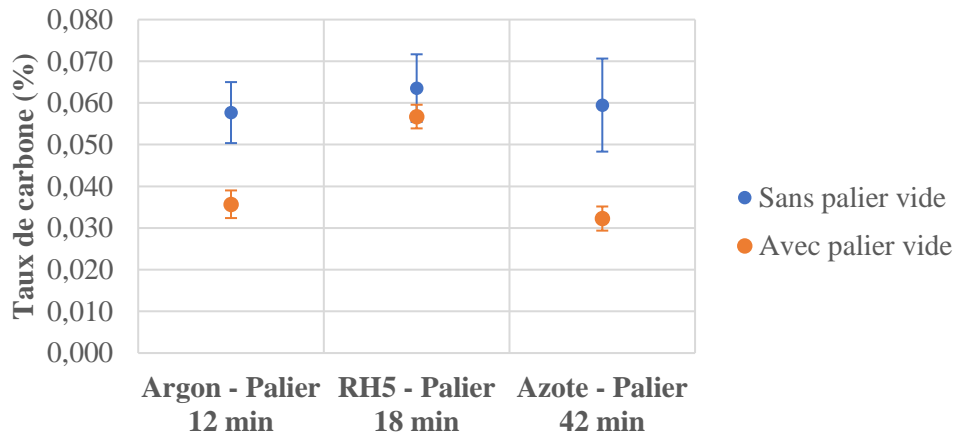


Figure 76 : Comparaison du taux de carbone massique pour des échantillons imprimés frittés avec ou sans palier de vide avec la condition C-1

Concernant les microstructures des échantillons frittés sous azote et sous RH5, les paliers de vide ont permis l'élimination du constituant lamellaire bi-phasé au cœur des échantillons mais il reste présent en surface. Pour le palier de 42 min (Azote), la perlite azotée est présente sur environ 780 μm de profondeur (Figure 77). En revanche pour le palier de 18 min (RH5), la perlite azotée est présente en surface mais également autour de quelques larges porosités en proche surface, jusqu'à environ 1500 μm de profondeur (Figure 77). Ainsi, le palier de vide et, par conséquent, la diminution du taux de carbone, permet de réduire drastiquement la quantité de perlite azotée.

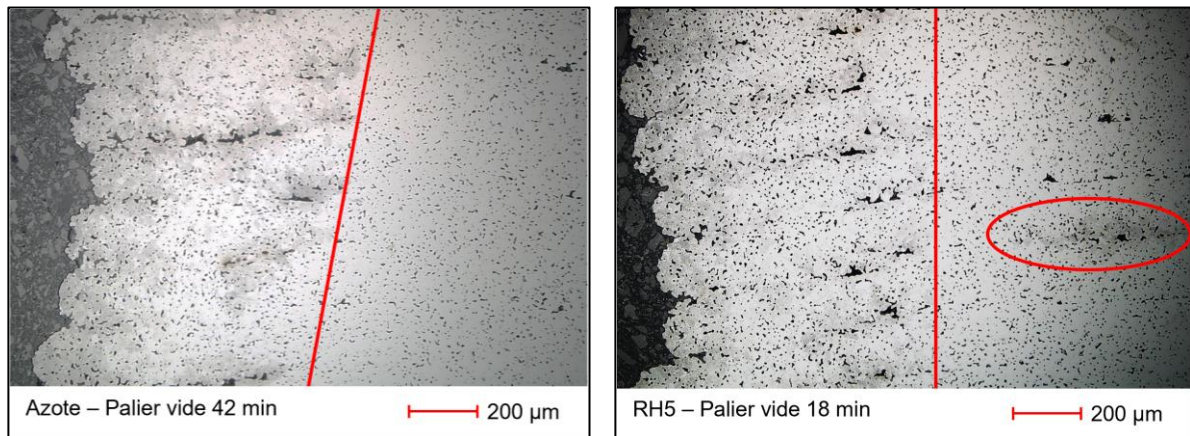


Figure 77 : Perlite azotée en surface pour des échantillons imprimés et frittés avec palier de vide. La perlite azotée apparaît plus foncée, les particules noires étant des porosités. Le front est délimité par la ligne rouge.

Pour tous les échantillons le taux de carbone reste trop élevé et la perlite azotée reste présente mais il serait probablement possible de pallier ces problèmes en augmentant la durée du palier de vide. En effet, la méthode du confinement reste intéressante pour éviter les problèmes liés aux flux de gaz, l'oxydation de surface mais également la déformation des pièces en amont du flux.

IV.6.3. Optimisation via découplage du déliantage thermique et du frittage

Une autre approche pour éliminer les gaz problématiques lors du frittage consiste à séparer le déliantage thermique du frittage, une pratique courante pour les céramiques. Ainsi, des expériences ont été menées avec le protocole suivant :

- **Déliantage thermique** sous RH5, puis pré-frittage à 750°C pendant une demi-heure, sans confiner les pièces (et donc avec une rampe à 3°C/min), puis redescende à température ambiante (Figure 78 (a)). Le pré-frittage est nécessaire afin de sortir les pièces sans les casser. La température de pré-frittage est basée sur l'étude de Thompson *et al.* [90] et le pré-frittage a été réalisé sous RH5 afin d'éviter la formation des oxydes sous forme de filaments verts.
- Nettoyage du four en ayant préalablement retiré les pièces.
- **Frittage** des pièces sous argon avec la méthode du confinement afin d'éviter l'apparition des filaments d'oxyde. La montée en température a été réalisée à 3°C/min jusqu'à 600°C au cas où les polymères n'aient pas été entièrement dégradé. Ensuite, la montée a été réalisée à 5°C/min (Figure 78 (b)).

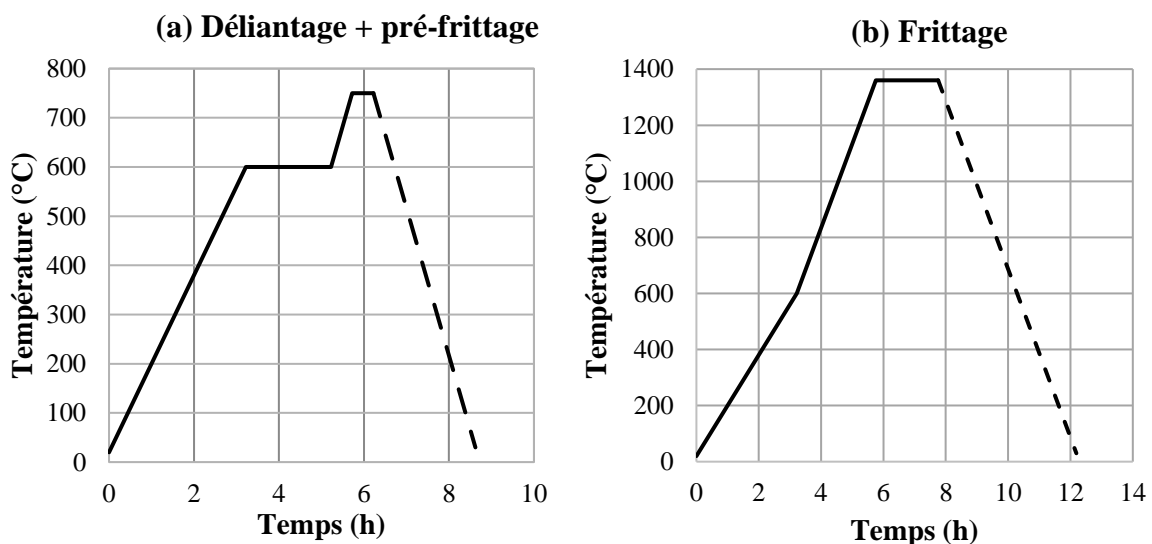


Figure 78 : Cycles thermiques pour le découplage du déliantage thermique (a) et du frittage (b)

Les résultats d'analyse chimique ont révélé une concentration massique en carbone et en azote respectivement de $0,042 \pm 0,004\%$ et $0,017 \pm 0,04\%$. La concentration en azote est assez similaire à celle trouvée pour le frittage sous argon en condition C-1, qui était de $0,012 \pm 0,01\%$. Toutefois, la concentration en carbone reste trop élevée malgré l'évacuation des gaz entre le pré-frittage et le frittage. L'hypothèse proposée est qu'une partie du carbone diffuse dans les creusets en alumine pendant le déliantage et/ou le pré-frittage, puis est relâchée pendant le frittage, contaminant ainsi les pièces confinées pendant ce processus. Le carbone peut en effet diffuser, notamment sous forme de dioxyde de carbone, dans l'alumine [183].

IV.6.4. Optimisation via un palier d'austénitisation

La ferrite se formant à haute température, notamment pendant le processus de frittage à 1360°C, il est envisageable de la faire disparaître en ajoutant un palier après le frittage, à une température inférieure, dans le domaine de stabilité de l'austénite. Selon la littérature, la ferrite dans l'AISI 316L se forme au-dessus de 1209°C [107]. Ainsi, un échantillon a été fritté en utilisant la technique précédente (découplage déliantage/frittage) avec un palier supplémentaire d'une heure à 1200°C après le frittage. Ce temps et cette température ont été choisis en se basant sur l'étude de Wang *et al.* [28], qui ont réussi à éliminer la ferrite avec ces paramètres.

La Figure 79 démontre que cette méthode est efficace pour éliminer la ferrite δ , comme en témoigne sa disparition dans les micrographies. Cependant, il serait judicieux de réaliser une analyse plus approfondie, par exemple via diffraction électronique rétrodiffusée (EBSD), afin de confirmer l'absence complète de ferrite.

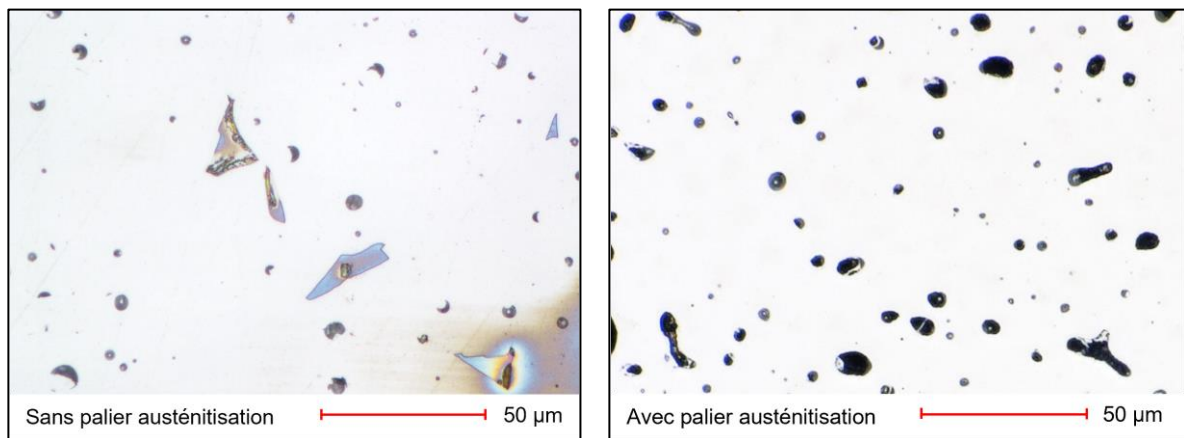


Figure 79 : Microstructure avec et sans palier d'austénitisation après attaque électrolytique à la soude

De plus, dans un four sans refroidissement contrôlé, cette méthode ne garantit pas l'absence de carbures qui peuvent se former pendant le refroidissement lent. Il est donc intéressant de considérer l'hypertrempe comme complément.

IV.6.5. Optimisation via une hypertrempe

IV.6.5.1. Protocole

Une hypertrempe a été réalisée sur un échantillon fritté sous RH5 en environnement confiné et donc présentant de la perlite azotée à cœur ; et un échantillon fritté pendant 4h à 1380°C sous vide et donc présentant un taux de ferrite delta d'environ 4% et de la phase sigma dans la ferrite.

Le four utilisé dans cette expérience est un four tubulaire de laboratoire en silice, avec un diamètre de 2 cm, qui, contrairement aux fours Pyrox et Sager, peut être ouvert à haute température. Ainsi, des bouts d'éprouvettes d'environ 15x10x4mm ont été prélevées puis l'hypertrempe a été réalisée de la manière suivante :

- Les échantillons ont été placés directement dans le four à 1050°C pendant 2h sous flux d'argon, cette température étant la limite maximale atteignable par le four.
- Les échantillons ont ensuite été trempés à l'eau.

IV.6.5.2. Résultats

Le traitement d'hypertrempe a permis d'éliminer le constituant bi-phasé à cœur, pour l'échantillon fritté sous RH5 (Figure 80). Toutefois, il est toujours présent en proche surface. De plus, des précipités, pouvant être des nitrures, des carbures ou des carbonitrures, ont été observés aux joints de grains, à l'intérieur des grains (exemple du grain 1 sur la figure) ou même sur les macles (exemple du grain 2 sur la figure). Il est probable qu'un temps de maintien plus long aurait permis la complète remise en solution et la bonne redistribution des divers constituants.

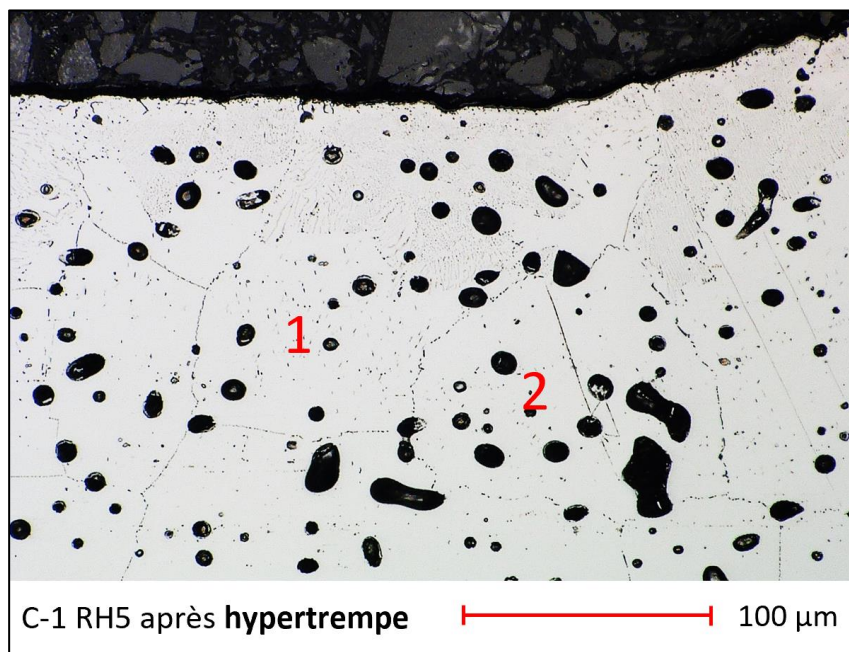


Figure 80 : Microstructure obtenue après hypertrempe sur un échantillon fritté avec la condition C-3 (1360°C – 2h)

Concernant l'échantillon fritté sous vide, l'hypertrempe n'a pas permis d'éliminer la ferrite, la teneur restant d'environ 4% (Figure 81) mais il permet d'éliminer la phase sigma. Pour éliminer la ferrite, il faudrait précéder celui-ci d'un palier d'austénitisation.

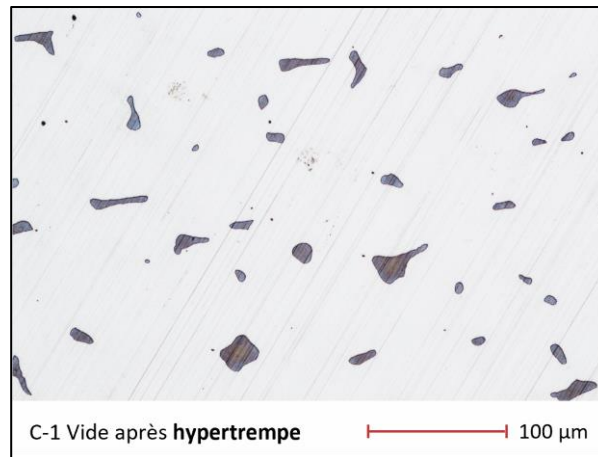


Figure 81 : Microstructure obtenue après hypertrempe sur un échantillon fritté sous vide (1380°C – 4h)

L'hypertrempe est donc une solution à envisager dans les cas où :

- Le refroidissement est lent et ne peut pas être contrôlé, afin de s'assurer de la remise en solution des carbures et des nitrures, en ayant préalablement appliqué un palier d'austénitisation (après celui de frittage)
- On souhaite diminuer la teneur en perlite azotée, voire l'éliminer en ajustant les paramètres d'hypertrempe

V. Influence des microstructures sur la micro-dureté

Afin de mesurer l'influence des conditions de frittage sur la dureté locale des échantillons, des essais de nano-indentation ont été réalisés sur les échantillons frittés en environnement confiné et sur l'échantillon de référence fritté sous hydrogène. Cela permet ainsi d'analyser les variations de dureté à l'échelle microscopique, permettant de comparer précisément les propriétés mécaniques locales des différentes microstructures obtenues.

V.1. Méthode

La mesure de la dureté par nano-indentation consiste à appliquer une charge à l'aide d'une pointe en diamant pour créer une indentation sur la surface de l'échantillon poli. L'équipement utilisée est un nano-indenteur (NHT3, Anton Paar) doté d'une pointe de *Berkovitch* en diamant et les paramètres utilisés sont donnés dans le Tableau 14. La profondeur d'indentation est mesurée et utilisée pour calculer la dureté H_{IT} du matériau selon la *méthode d'Oliver et Pharr* (Équation 7) [184].

$$H_{IT} = \frac{F_m}{A_p} \quad (\text{Équation 7})$$

Où F_m est la force maximale appliquée et A_p est la surface de contact projetée.

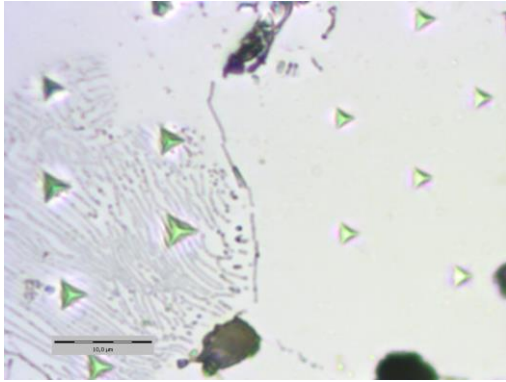


Figure 82 : Exemple d'indentations dans l'austénite et la perlite azotée

Tableau 14 : Paramètres pour la nano-indentation

Paramètre	Valeur
Charge maximale	10 mN
Vitesse de chargement et de déchargement	20 mN/min
Pause	10 s
Vitesse d'approche et de rétractation	4 $\mu\text{m}/\text{min}$

V.2. Résultats

Les résultats des nano-indentations sont présentés en Figure 83. En ce qui concerne l'austénite, les valeurs de dureté sont conformes à ce que l'on peut trouver dans la littérature pour l'AISI 316L imprimé et fritté (voir Tableau 15).

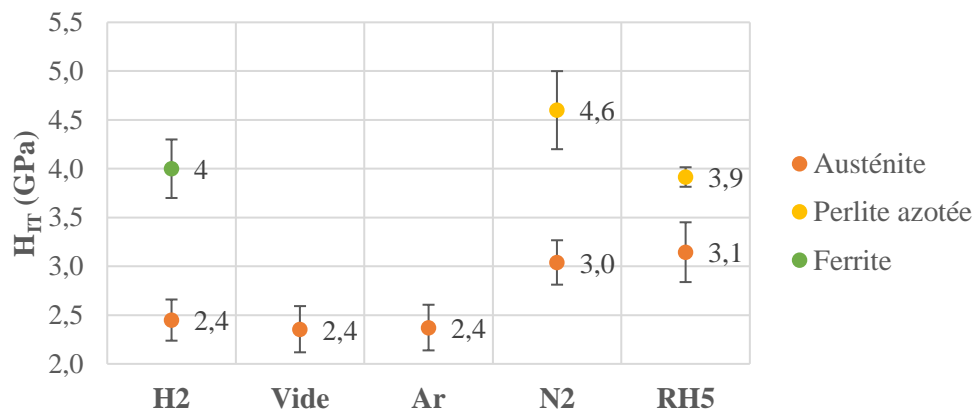


Figure 83 : Dureté en fonction des microstructures et des atmosphères de frittage mesurée en nano-indentation

Les résultats montrent que la phase austénitique des échantillons frittés sous atmosphère azotée est plus dure que celle des échantillons frittés sous argon, vide ou hydrogène. Cette dureté accrue s'explique par la présence d'azote en solution solide, qui limite le glissement des dislocations, renforçant ainsi la résistance du matériau à la déformation et donc à la pénétration. En tant qu'atome interstitiel, l'azote, dont le rayon atomique est légèrement supérieur à celui des interstices de la matrice, engendre une distorsion locale du réseau cristallin. Cette déformation crée des contraintes internes de compression qui augmentent la résistance au mouvement des dislocations, contribuant à l'amélioration de la dureté [185].

L'austénite des échantillons frittés sous argon est aussi dure que celle des échantillons frittés sous hydrogène, malgré un taux de carbone six fois plus élevé. Ce dernier, dans les quantités étudiées, ne semble donc pas avoir d'influence sur la dureté.

La dureté de la phase ferritique a été évaluée uniquement pour les échantillons frittés sous hydrogène car elle est de moindre importance. En effet, cette dernière étant présente en faible quantité, il est peu

probable qu'elle ait un impact marqué sur les propriétés mécaniques. La dureté de la ferrite a été évaluée à $4,0 \pm 0,3$ GPa, elle est donc conforme à la littérature (Tableau 15).

Tableau 15 : Comparaison des duretés mesurées par nano-indentation

Référence	Matériau	Dureté H_{IT} (GPa)	
		Austénite	Ferrite δ
Wagner <i>et al.</i> [76]	AISI 316L	2,6 – 3,6	3,5 – 4,5
Gadelrab <i>et al.</i> [136]	Acier austénitique duplex	$3,19 \pm 0,16$	$3,75 \pm 0,23$
Guo <i>et al.</i> [135]	Acier austénitique duplex	$3,57 \pm 0,52$	$4,41 \pm 0,44$
Cette étude	AISI 316L	2,4 – 3,1	3,6 – 4,4

La dureté de la phase sigma n'a toutefois pas pu être analysée. En effet, les analyses ont donné des résultats incohérents, donnant une dureté de la phase sigma plus faible que l'austénite ou la ferrite alors que celle-ci est connue pour être plus dure. Cela peut s'expliquer par l'attaque électrolytique réalisée, qui creuse la phase sigma, perturbant ainsi les mesures par indentation, comme le montre l'image prise au MEB (Figure 84).

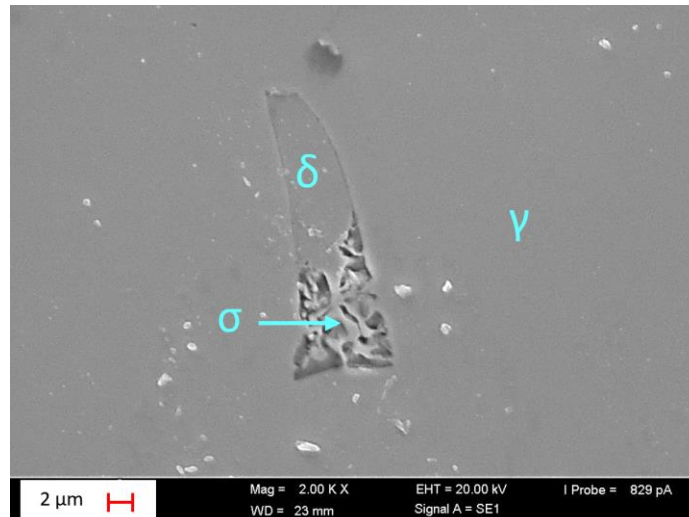


Figure 84 : Phase sigma dans un grain de ferrite vue au MEB après attaque électrolytique à la soude

Les premières mesures de dureté de la perlite azotée ont également donné des résultats incohérents à cause de l'attaque chimique. En effet, sur la Figure 82, la perlite azotée semble moins dure que l'austénite au regard des dimensions relatives des empreintes. Les essais ont donc été réalisés ensuite sans l'attaque chimique, les lamelles étant encore visible grâce à la très faible attaque des solutions diamantées de polissage. La dureté de la perlite azotée a été évaluée à $3,9 \pm 0,1$ GPa pour le frittage sous RH5, ce qui est très similaire à la dureté de la ferrite, et à $4,6 \pm 0,4$ GPa pour le frittage sous azote. Les nitrures ont donc un effet de durcissement supérieur ou égal à celui de la ferrite dans ces conditions d'essai. La présence en grande quantité de chrome, à la fois dans la ferrite et dans la perlite azotée, semble avoir une influence majeure sur la dureté. En outre, l'espacement des lamelles de nitrures influe sur la dureté du matériau, comme dans la perlite traditionnelle [127]. Si l'espacement est grand, la dureté globale est peu affectée, ce qui explique les variations entre les mesures de dureté de la perlite azotée.

La perlite azotée est sensiblement plus dure que l'austénite et est présente en grande quantité par rapport à la ferrite. Il est donc attendu que la présence de perlite azotée et d'austénite expansée modifie les propriétés mécaniques.

VI. Synthèse

Le présent chapitre a mis en évidence la complexité des choix de paramètres de frittage au regard des différentes microstructures observées. Le développement de stratégies de frittage économiques n'est pas une tâche aisée. L'utilisation de fours tubulaires et l'élimination de l'hydrogène pour réduire les coûts d'investissement entraînent de nombreux problèmes, tels que des déformations et l'apparition d'oxydes en surface. L'utilisation d'un dispositif de confinement a permis de résoudre les problèmes liés aux flux de gaz, mais a entraîné un enrichissement en carbone, sauf lors de l'utilisation du vide, et a modifié l'intégrité du matériau en changeant profondément la microstructure lors des frittages sous azote et RH5. Ces deux atmosphères ont donné, tout au long de l'étude, des résultats identiques.

En outre, les résultats ont montré que le procédé de mise en forme peut influencer la teneur en éléments et l'homogénéité de la microstructure en raison des larges porosités présentes dans le procédé MIM-like, contrairement au MIM traditionnel. Aucune condition de frittage étudiée n'a mené à une microstructure entièrement austénitique. Toutefois, l'étude a montré qu'il existe des solutions pour pallier ce potentiel problème, telles que la réalisation d'un palier post-frittage dans le domaine austénitique et/ou une hypertrempe avec des paramètres adéquats. De plus, il existe des solutions pour limiter l'enrichissement des pièces en carbone, telles que les paliers de vide après le déliantage thermique.

La présence d'azote et de carbone peut perturber la densification des pièces. Les résultats ont montré que les taux d'azote et de carbone varient en fonction des conditions de frittage, il est donc important d'étudier les densités et la répartition des porosités, car celles-ci peuvent grandement affecter les propriétés mécaniques. En plus des porosités, les microstructures peuvent avoir un fort impact sur les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion. Par conséquent, dans le chapitre suivant, l'influence des paramètres du procédé à l'échelle macroscopique sera étudiée, en se concentrant sur les porosités, les propriétés mécaniques et, brièvement, sur la résistance à la corrosion.

Chapitre 3 : Influence des paramètres du procédé à l'échelle de la macrostructure

Toujours dans le cadre du développement d'une stratégie de frittage économique, ce chapitre examine l'influence des conditions de frittage sur la macrostructure des matériaux. L'analyse portera sur les densités des échantillons ainsi que sur leurs propriétés mécaniques en traction. De plus, la résistance à la corrosion sera évaluée brièvement à l'aide d'essais de brouillard salin. Les résultats macroscopiques seront analysés à la lumière des observations faites au chapitre 2, afin notamment d'établir un lien entre les microstructures et les propriétés obtenues. Une comparaison sera effectuée entre les frittages « économiques » réalisés dans des fours de laboratoire et ceux réalisés en conditions industrielles, ainsi qu'entre les échantillons MIM et MIM-like.

I. État de l'art

I.1. Influence des conditions de frittage sur la densité

La densité d'un matériau est inversement liée à sa porosité : plus un matériau est poreux, plus sa densité est faible. Dans des procédés comme le MIM-like, un contrôle précis de la porosité permet d'ajuster la densité, et par conséquent, d'influencer les propriétés mécaniques du matériau.

I.1.1. Types de porosités

La porosité est le défaut induit par les processus de FAM le plus communément identifié dans la littérature [186]. Pour les pièces imprimées par extrusion puis frittées, il existe plusieurs types de porosités [67, 73, 99, 187, 188] :

- **Les porosités inhérentes à la technologie d'extrusion ligne par ligne et couche par couche** : la géométrie arrondie des cordons déposés entraîne la formation de vides entre les couches car le cordon qui se dépose ne pas remplir entièrement les espaces entre les cordons voisins (Figure 85).
- **Les porosités liées au feedstock** :
 - **Porosité de poudre** : Elle découle de la porosité intrinsèque des particules de poudre utilisées pour le frittage, qui peuvent contenir des vides internes.
 - **Porosité due à un feedstock inhomogène** : Les régions locales où le liant soluble est insuffisant ne peuvent pas former de canaux poreux ouverts, ce qui entraîne une augmentation de la pression pendant la dégradation ultérieure du liant. Simultanément, la perte excessive de liant à d'autres endroits crée des pores qui ne se referment pas suffisamment pendant le frittage (« *thick domain* » dans la Figure 86).
- **Les porosités liées au frittage** :
 - **Porosité de gaz** : Résulte de la capture de gaz dans le matériau pendant le frittage.
 - **Mauvais frittage** : Lorsque les paramètres ne sont pas adaptés, notamment le temps et la température, le frittage n'est pas complet et il reste de nombreuses porosités.

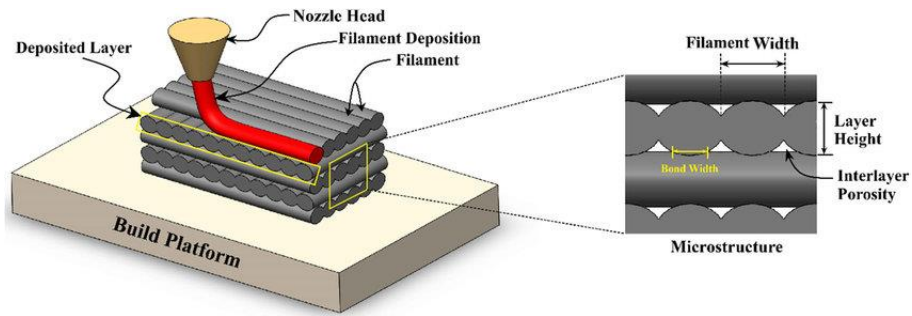


Figure 85 : Illustration des porosités entre les cordons [189]

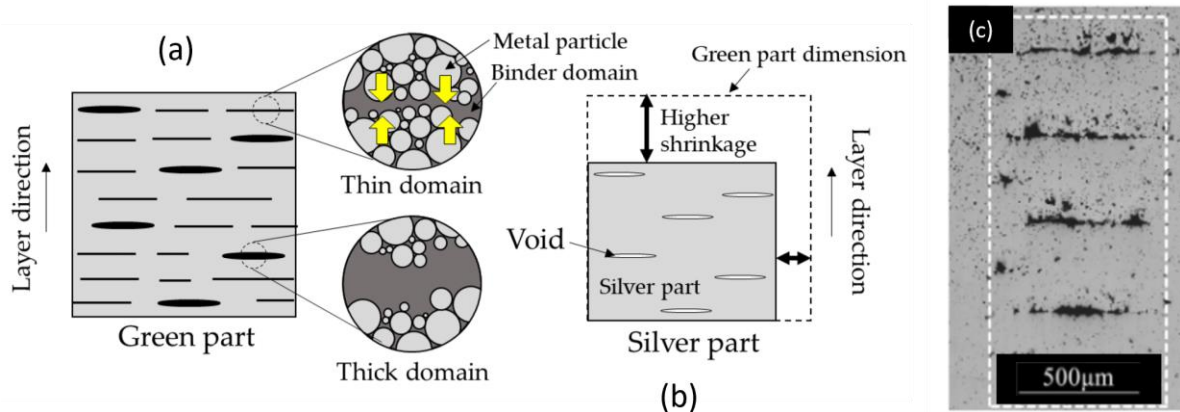


Figure 86 : Illustration du manque de matière entre les couches dans une pièce verte (a) et leur devenir après frittage (b) et (c). Le schéma illustre également le retrait anisotropique à cause des porosités orientées. [73, 126]

Les pores aciculaires de grande taille, souvent allongés, sont considérés comme des défauts d'impression dus à une liaison insuffisante entre les cordons [97]. Ces défauts sont mentionnés dans de nombreuses études, même avec l'utilisation de machines industrielles telles que Desktop Metal [99] et Markforged [188]. Comme le montre la Figure 86, les porosités allongées présentes dans les pièces vertes sont généralement trop grandes pour se refermer complètement lors du frittage. Hosseinimehr *et al.* [187] ont démontré que les pores plus grands que $4 \times 10^{-6} \text{ mm}^3$, correspondant au D90¹⁸ des particules de leur poudre de départ, ne peuvent pas être entièrement fermés pendant le frittage. En revanche, les pores de taille micrométrique sont liés à un frittage incomplet ou à des porosités dues aux gaz. Ils sont généralement petits, sphériques, et répartis de manière aléatoire et homogène dans la pièce.

I.1.2. Influence de l'atmosphère de frittage

I.1.2.1. Compaction de poudre

A. Dudek et R. Włodarczyk [17] ont étudié l'influence de l'atmosphère de frittage sur des pièces poreuses en acier inoxydable 316L, fabriquées par compaction de poudre et frittage. Ils ont notamment comparé un mélange contenant 75% de H₂ et 25% de N₂, et l'hydrogène pur. Une densité supérieure a été obtenue pour les échantillons frittés sous hydrogène, comparée au mélange avec l'azote. La raison

¹⁸ D90 désigne la taille de particule pour laquelle 90 % du volume total des particules est constitué de particules de taille inférieure ou égale à cette valeur. Par exemple, si D90 = 50 µm, cela signifie que 90 % des particules de la poudre ont un diamètre inférieur ou égal à 50 µm.

principale avancée par les auteurs est l'absorption d'une partie de l'azote présent dans l'atmosphère pour former des nitrures de chrome Cr_2N . Cette absorption a pour conséquence de réduire la vitesse de diffusion atomique et selon les auteurs, cela explique la densité de frittage plus faible. A l'inverse, N. Kurgan [190] a obtenu des densités plus élevées pour des pièces en AISI 316L frittées sous azote que sous argon, avec des caractéristiques de pores distinctes. Dans cette étude, les échantillons frittés sous azote présentent un faible taux de porosité et des pores sphériques. En revanche, les échantillons frittés sous argon présentent un taux de porosité élevé et contiennent de nombreux pores aux formes irrégulières et aux arêtes vives. Les auteurs n'apportent toutefois pas d'explication à cette différence. Enfin, pour Rawers *et al.* [171], les deux conditions de traitement testées pour les pièces en AISI 316L, l'argon ou l'azote, conduisent à la même quantité de porosité et aux mêmes densités relatives.

I.1.2.2. MIM

En ce qui concerne le procédé MIM, Raza *et al.* [150] ont obtenu la densité la plus élevée par frittage à l'hydrogène, avec une densité relative d'environ 97%, suivi par le frittage à l'azote avec une densité relative d'environ 96% et enfin par le frittage sous vide avec une densité relative d'environ 94%. S. Krug et S. Zachmann [149] ont obtenu des résultats comparables, à l'exception du frittage sous vide. Ils ont constaté que le frittage à l'hydrogène et sous vide permettait d'obtenir la densité la plus élevée (99 %), suivi du frittage à l'argon (97 %), et enfin du frittage à l'azote et au RH5 (91 %). De même, Li *et al.* [148] ont obtenu une densité plus faible dans une atmosphère contenant de l'azote (N_2 ou $\text{N}_2 + \text{H}_2$), par rapport aux échantillons frittés avec de l'argon.

I.1.2.3. FAM indirecte

H.-L. Juan [191] a démontré que le frittage de pièces en AISI 316L produites par BJ entraîne une densification 10% plus élevée lorsqu'il est réalisé sous vide plutôt qu'en argon, à température équivalente (1300°C). De même, pour le même procédé et matériau, Lecis *et al.* [181] ont obtenu des densités relatives de 97,45 % pour un frittage sous argon et de 98,92% pour un frittage sous vide, à 1360°C pendant 3 heures. Cependant, la porosité fermée est légèrement plus élevée dans les échantillons frittés sous argon. Les deux études suggèrent que cette différence de densité entre les environnements est due au piégeage de l'argon durant la phase finale du frittage, le gaz ne pouvant plus diffuser vers les surfaces de l'échantillon.

Enfin, les recherches bibliographiques n'ont pas révélé d'études similaires concernant les procédés d'impression 3D MEAM.

I.1.3. Influence du temps et de la température

Toutes les études de la littérature s'accordent à dire que la densité augmente avec l'augmentation de la température [68, 76, 90, 123]. À des températures plus élevées, les atomes ont plus d'énergie thermique, ce qui augmente leur mobilité. Cela facilite la diffusion des atomes dans le matériau, permettant aux pores de se refermer et aux grains de croître.

Toutefois, Mao *et al.* [123] ont montré que pour l'AISI 316L fabriqué par MIM, la densité des pièces diminue au-delà de 1380°C. Dans leur étude, les pores des pièces frittées à 1400°C se distinguent nettement de ceux traités à 1380°C ou à des températures inférieures (Figure 87). Le nombre de pores diminue fortement, tandis que leur taille et leur rondeur augmentent significativement, bien que la densité globale reste quasiment inchangée (Figure 87(a)). Les auteurs expliquent ce phénomène par l'expansion du gaz à l'intérieur des pores fermés : à mesure que la température de frittage augmente, le matériau se ramollit, et à 1400°C, l'effet de l'expansion gazeuse devient plus prononcé. Une autre explication proposée est le mûrissement d'Ostwald¹⁹, c'est-à-dire que les vides plus petits diffuseraient vers les grands, à la toute fin de la phase de frittage.

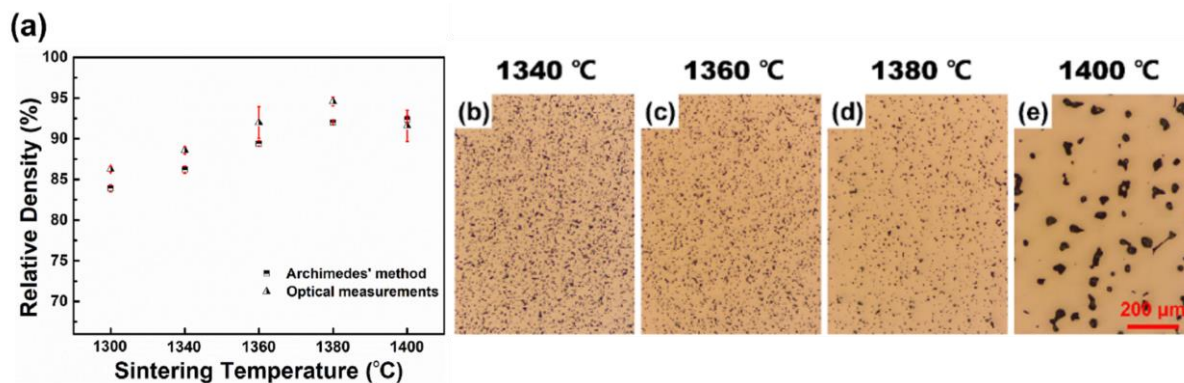


Figure 87 : (a) Effet de la température de frittage sous vide sur la densité relative (b)-(e) Images au microscope optique d'échantillons en AISI 316L fabriqué par BJ et frittés à 1340°C, 1360°C, 1380°C et 1400°C, issues de Mao *et al.* [123]

Enfin, l'augmentation du temps de frittage améliore la densification des pièces en permettant une diffusion plus longue, ce qui réduit les vides. Yoon *et al.* [154], pour des pièces injectées et frittées sous H₂ à 1350°C, sont parvenus à augmenter la densité de 7,5 g/cm³ pour 1h de frittage à 7,8g/cm³ pour 4h. De même, Thompson *et al.* [90] passent d'un taux d'environ de 19% de porosité pour 0,5h de frittage à 5% de porosité pour 2h de frittage, pour des pièces produites par FFFm, avec un frittage sous vide à 1360°C.

I.2. Influence des conditions de frittage sur les propriétés mécaniques

I.2.1. Influence de l'atmosphères de frittage

Plusieurs études dans la littérature examinent l'impact des atmosphères de frittage sur les propriétés mécaniques en traction, notamment pour les pièces injectées. Le Tableau 16 récapitule les propriétés mécaniques rapportées dans ces études, en lien avec la densité relative, pour divers procédés indirects et atmosphères de frittage.

¹⁹ Le mûrissement d'Ostwald est un phénomène où, dans un système de particules ou de pores, les plus petits se dissolvent et se redéposent sur les plus grands, entraînant ainsi une croissance des structures plus grandes aux dépens des plus petites.

Tableau 16 : Propriétés en fonction de l'AISI 316L de différents procédés indirects en fonction des atmosphères de frittage

Procédé	Source	Conditions de frittage			Propriétés					
		Temp. (°C)	Temps (h)	Atm.	Densité rel. (%)	E (GPa)	Re (MPa)	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A (%)
Comp. de poudre	[190]	1300	0,5	N ₂	87	-	-	-	290	5
				Ar	86	-	-	-	226	7
MIM	[192]	1330	-	N ₂	92,5	-	258	-	517	25
				Ar	92,5	-	177	-	462	33
	[150]	1325	2	Vide	94	-	-	-	484	-
				H ₂	97	-	-	-	572	-
				90% H ₂ + 10% N ₂	93	-	-	-	536	-
				N ₂	96	-	-	-	731	-
	[149]	1350	2	Ar	97*	-	182	-	554	77
				N ₂	90*	-	375	-	680	53
				95% N ₂ + 5% H ₂	91*	-	350	-	641	31
				Vide (10 ⁻² mbar)	99*	-	190	-	549	81
	[148]	1375	~ 1	N ₂	91*	-	-	-	688	25
				N ₂ + H ₂	94*	-	-	-	765	32
				Ar	98*	-	-	-	603	42
				Ar + H ₂	98*	-	-	-	630	52
BJ	[193]	1360	3	Ar	97,5	-	-	197	471	23
				Vide	98,9	-	-	184	471	34
MIM - like	[2]	1360	2	10% H ₂ + 90% N ₂	> 93	150	260	-	550	4
				H ₂	> 93	180	130	-	520	46

* Densité relative calculée à partir des données de l'étude avec une densité de référence de 8g/cm³

L'étude de Raza *et al.* [150] présentée dans le tableau doit être interprétée avec prudence, car le taux de carbone mesuré dans les échantillons frittés sous H₂, N₂ + H₂, et N₂ est anormalement élevé, atteignant environ 1,4% pour les deux premières atmosphères et 0,1% pour la dernière. Seul le frittage sous vide respecte les normes de l'AISI 316L (< 0,3%).

En outre, les études sont difficilement comparables entre elles car les conditions de frittage sont différentes. Toutefois, il est possible de dire que l'utilisation de l'azote, seul ou en mélange, augmente fortement la limite d'élasticité et la résistance mécanique au détriment de l'allongement à rupture. En effet, à cause de l'introduction d'azote et/ou d'oxygène, la capacité du matériau à se déformer plastiquement est réduite et donc mène à un allongement à rupture plus faible.

De plus, l'azote en solution solide et les nitrures, très durs, augmentent la résistance globale du matériau en réduisant la mobilité des dislocations. En outre, l'azote peut avoir un effet de limitation sur la croissance des grains pendant le frittage, comme montré dans le chapitre 2. Des grains plus fins signifient généralement une plus grande densité de joints de grains, ce qui peut inhiber davantage le mouvement des dislocations, suivant la *relation de Hall-Petch* déjà mentionnée précédemment et qui est décrite par :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}} \quad (\text{Équation 8})$$

Avec :

σ_y la limite d'élasticité,

σ_0 une constante qui représente la limite d'élasticité intrinsèque du matériau sans effet de la taille des grains,

d la taille des grains,

K une constante dépendant du matériau, appelée « coefficient de renforcement des joints de grains ».

La *relation de Hall-Petch* est toutefois valide pour des microstructures identiques présentant uniquement des variations de taille de grain. Pour aller plus loin, Wang *et al.* [134] ont montré que pour une même concentration en azote, les échantillons suivent la *loi de Hall-Petch* et que, pour une même taille de grain, K et σ_0 varient quadratiquement avec la concentration d'azote.

Une seule étude, celle de N. Kurgan [190], montre des résultats opposés en termes de résistance mécanique, avec des valeurs plus faibles pour le frittage sous azote par rapport à l'argon. Les auteurs expliquent que les pores plus sphériques des échantillons frittés sous azote réduisent moins les propriétés mécaniques que les pores angulaires des échantillons frittés sous argon. En effet, une porosité à forte angulosité concentre les contraintes, réduisant ainsi la capacité de charge du matériau [99, 187].

Enfin, concernant la rigidité, peu d'études ont analysé le module de Young. La seule étude, celle de Martin *et al.* [2], semble montrer que l'utilisation d'azote diminue la rigidité, sans toutefois apporter d'explication.

I.2.2. Influence du cycle thermique

I.2.2.1. Temps et température

Le Tableau 17 présente les propriétés mécaniques en fonction de la température et/ou du temps de frittage des études disponibles dans la littérature. Globalement, l'augmentation de la température ou du temps de frittage, et donc de la densité, porte à l'augmentation de la résistance mécanique et de l'allongement à rupture. Mao *et al.* [123] ont même démontré l'existence d'une relation linéaire entre l'augmentation de la densité relative et l'amélioration de la résistance mécanique.

En revanche, comme le soulignent Yoon *et al.* [154], il est intéressant de noter que la limite d'élasticité reste en général constante malgré la variation de la porosité. En effet, la diminution de la porosité conduit normalement à une augmentation de la limite d'élasticité [194–196]. Cependant, une augmentation de la taille des grains entraîne une diminution de cette limite. Par conséquent, un équilibre se forme entre ces deux phénomènes.

Tableau 17 : Propriétés en fonction de l'AISI 316L de différents procédés indirects en fonction du temps et/ou de la température de frittage

Procédé	Source	Condition de frittage			Propriétés					
		Temp. (°C)	Temps (h)	Atm.	Densité relative (%)	E (GPa)	Re (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	
MIM	[109]	1360	1	Ar	98*	-	186	550	66	
		1380			99*	-	194	555	83	
	[154]	1100	1	H ₂	82	-	195	260	6	
		1320			92	-	175	450	29	
		1350			94	-	179	490	44	
					2	97	-	180	506	51
					4	98	-	184	530	61
BJ	[123]	1300	3	Vide	86**	-	186	323	6,1	
		1340			89**	-	172	369	17	
		1360			92**	-	186	424	26	
		1380			95**	-	183	473	40	
		1400			92**	-	248	387	11	

* Densité relative calculée à partir des données de l'étude avec une densité de référence de 8g/cm³

** Données lues sur un graphique

I.2.2.2. Palier d'austénitisation

Dans le chapitre précédent, il a été montré qu'il était possible d'éliminer la ferrite en ajoutant un palier d'austénitisation à 1200°C après le frittage. Wang *et al.* [28] ont montré que les échantillons fabriqués avec ce procédé de frittage modifié peuvent atteindre une résistance à la traction environ 20% supérieure à celle obtenue avec le procédé de frittage original. D'après les auteurs, cette amélioration résulte de la dissolution de la ferrite qui provoque un déplacement atomique, redistribuant ainsi le mouvement des dislocations et augmentant leur densité. Un réseau dense de dislocations améliore la capacité de blocage de leurs mouvements, conduisant à un écrouissage et à une augmentation de la résistance du matériau.

I.3. Influence des conditions de frittage sur la résistance à la corrosion

Dans le premier chapitre, il a été évoqué que les procédés de FAM mènent généralement à une résistance à la corrosion inférieure par rapport aux procédés conventionnels [140, 141]. Pour rappel, les procédés impliquant un déliantage sont soumis au risque de contamination au carbone. De plus, les oxydes et carbures qui se forment pendant le refroidissement peuvent mener à l'appauvrissement local en chrome, ce qui peut amener à une sensibilité à la corrosion. Enfin, la résistance à la corrosion dépend fortement du taux de porosité des pièces et donc de la densité [143].

He *et al.* [143] ont étudié l'effet de la température et de l'atmosphère de frittage sur le comportement à la corrosion d'échantillons d'AISI 316L fabriqués par MIM. Les frittages ont été réalisés à 1320°C, 1370°C et 1375°C sous différentes atmosphères de frittage, c'est-à-dire Ar+H₂, Ar, N₂+H₂ ou N₂. Le comportement à la corrosion des échantillons frittés a été étudié par un test d'immersion avec perte de poids dans une solution d'acide chlorhydrique à 5%. Ils ont conclu qu'une température plus élevée permettait d'améliorer la résistance à la corrosion grâce à l'augmentation de la densité. Notamment, ils

ont montré que le taux de corrosion moyen des échantillons frittés à 1370°C est 4 fois inférieur à celui des échantillons frittés à 1320°C. Ensuite, pour une même température (1370°C), ils ont montré que la meilleure résistance à la corrosion était obtenue pour le mélange Ar+H₂ car cette atmosphère mène à la fois à une densité plus élevée, mais également à des pores de surface plus fins et plus ronds et des concentrations d'azote et d'oxygène plus faibles. Les échantillons frittés sous N₂ présentent la plus mauvaise résistance à la corrosion, présentant la vitesse de corrosion la plus élevée. Cette mauvaise résistance à la corrosion a été attribuée à la densité plus faible et à la formation de Cr₂N qui affaiblit le film passif. Les joints de grains ont été fortement attaqués, reflétant une forte corrosion localisée.

De même, Raza *et al.* [150] ont étudié l'influence de l'atmosphère de frittage sur des pièces injectées en AISI 316L. Ils ont étudié l'hydrogène, le vide, l'azote et un mélange N₂/H₂ (1:9). Les échantillons frittés sous vide ont mené à taux de corrosion minimal par rapport aux échantillons frittés sous gaz. Les échantillons frittés au N₂ présentaient une vitesse de corrosion plus élevée que les échantillons frittés sous vide mais inférieure à celle des échantillons frittés au H₂. Ces résultats peuvent être attribués à la présence de carbures, présents en large quantité à cause du taux anormal de carbone, notamment pour H₂. Toutefois, les auteurs affirment, en s'appuyant sur d'autres études que, contrairement aux carbures, la présence de nitrures à la surface de l'échantillon réduit la corrosion en diminuant le nombre de pores ouverts et en dissolvant le gaz N₂ dans la matrice.

Enfin, Kim *et al.* [35] ont étudié l'influence du taux de ferrite sur la résistance à la corrosion de pièces en AISI 316L. Ils ont montré que la présence de ferrite δ influence la manière dont le métal se corrode ou se protège. La ferrite δ entraîne une dégradation de la résistance à la corrosion à faible potentiel car elle provoque la dissolution préférentielle de la matrice de phase γ . En effet, la formation de ferrite δ provoque une diminution des concentrations en chrome et en molybdène dans la phase γ , éléments essentiels pour la résistance à la corrosion. De même, Wang *et al.* [28] ont montré que l'élimination de la ferrite via un palier d'austénitisation permet d'améliorer la résistance à la corrosion par piqûre et la résistance à l'oxydation.

II. Matériau et procédés

Dans ce chapitre, les échantillons analysés sont les mêmes que ceux étudiés dans le chapitre précédent. Le matériau utilisé est de l'acier inoxydable 316L, et le feedstock est sous forme de granulés (316L D 120E, PolyMIM®). La longueur utile des pièces vertes, qu'elles soient issues du procédé MIM ou I3D, est de 80,7 mm (Figure 88), avec une épaisseur d'éprouvette de 4 mm et une section utile de 40 mm².

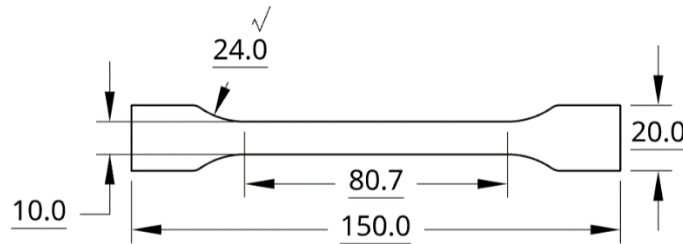


Figure 88 : Dimensions en mm des éprouvettes de traction MIM et I3D, avec une épaisseur de 4 mm

Les éprouvettes de traction I3D ont été imprimées avec deux parois et une stratégie d'impression à +/- 45° (Figure 89). Les paramètres d'impression sont donnés dans le Tableau 9 du chapitre 2 et les paramètres d'injection sont détaillés dans la partie II.2.2 du même chapitre.

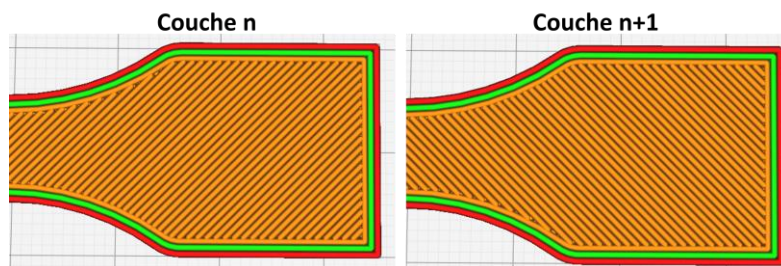


Figure 89 : Stratégie d'impression avec 2 parois et un remplissage +/- 45°

Pour rappel, les échantillons ont été déliantés thermiquement et frittés dans un même cycle thermique. Le déliantage s'est effectué à 600°C pendant 2 heures, suivi du frittage à 1360°C pendant la même durée. Les échantillons non confinés, déliantés à une rampe de 3°C/min, sont désignés « NC-3 ». Ceux qui ont été confinés et déliantés à une rampe de 1°C/min sont appelés « C-1 ». Les pièces frittées sous atmosphères d'argon, d'azote ou de RH5 ont été traitées dans le four tubulaire Pyrox, tandis que les échantillons frittés sous vide primaire ont été frittés dans le four tubulaire Sager. Enfin, les échantillons frittés sous hydrogène dans un four industriel sont appelés « échantillons de référence ».

III. Influence des conditions de frittage sur la densité et taux de porosité

Dans la suite sera analysée la densité et la répartition de la porosité en fonction du procédé et de l'atmosphère utilisée.

III.1. Méthode

III.1.1. Densité

Les densités des différentes pièces frittées ont été évaluées par double pesée. La pièce est pesée une première fois dans l'air, puis elle est pesée une seconde fois dans l'eau distillée, de masse volumique égale à 0,998 g/cm³. Lors de cette deuxième opération, la pièce est déposée sur une nacelle qui est directement liée à la balance, mais le récipient contenant l'eau ne doit pas être en contact de la balance, afin de mesurer uniquement la masse de l'échantillon. Il est ainsi possible de remonter à la masse volumique de l'échantillon, en appliquant la formule suivante :

$$\rho_{\text{échantillon}} = \frac{m_{\text{sec}}}{m_{\text{sec}} - m_{\text{immergée}}} * \rho_{\text{fluide}} \quad (\text{Équation 9})$$

Avec :

$\rho_{\text{échantillon}}$ la masse volumique de l'échantillon (en g/cm³)

ρ_{fluide} la masse volumique du fluide (en g/cm³)

m_{sec} la masse de l'échantillon dans l'air (en g)

m_{fluide} la masse de l'échantillon dans le fluide (en g)

Les pesées dans l'eau ont été réalisées trois fois, afin de s'affranchir des éventuelles erreurs de manipulation (goutte tombée sur la balance, mauvais tarage, etc.) et la densité relative a été calculée en prenant comme valeur de référence 8 g/cm³.

III.1.2. Répartition de la porosité

Les échantillons étudiés pour la répartition de la porosité sont les mêmes que ceux étudiés en microstructure dans le chapitre précédent, mais avant attaque chimique. Pour rappel, il s'agit des têtes d'éprouvettes de traction qui ont été découpées, enrobées et polies jusqu'à une solution colloïdale de 0,1 µm. Les coupes ont été réalisées perpendiculairement à la direction d'impression (Figure 90). Les échantillons ont été observés via un microscope numérique (VHX 6000, Keyence).



Figure 90 : Exemple de coupe

III.2. Influence du confinement

La Figure 91 illustre la densité des échantillons en fonction des conditions de frittage (confinés ou non). Il apparaît clairement que la méthode de confinement a un impact significatif sur les échantillons frittés sous argon, tandis que son effet est moins marqué pour les autres atmosphères.

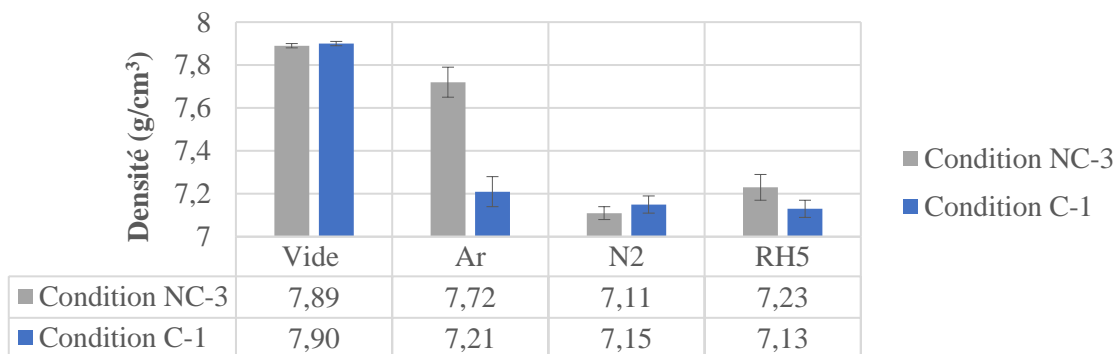


Figure 91 : Densités en fonction de l'atmosphère et de la condition de frittage

La différence du taux de porosité, expliquant la différence de densité entre les deux conditions, est visible sur la Figure 92. Il semblerait que les échantillons frittés avec la condition C-1 présentent plus de porosités allongées, mais surtout plus de petites porosités sphériques. Cette différence peut probablement s'expliquer par une teneur en carbone nettement plus élevée dans les échantillons C-1 (voir Chapitre 2). En effet, Yu *et al.* [111] ont constaté qu'à partir d'un certain pourcentage de carbone, la densité de pièces en AISI 316L injectées diminue. Ils ont observé une densité passant d'environ 7,90 g/cm³ pour des échantillons à teneur en carbone nulle, à 7,64 g/cm³ pour des échantillons contenant 660 ppm de carbone. En effet, une concentration élevée en carbone peut entraver la diffusion des atomes de fer et des autres éléments d'alliage, ce qui ralentit le processus de densification. Les carbures formés peuvent également bloquer les chemins de diffusion, réduisant ainsi l'efficacité du frittage.

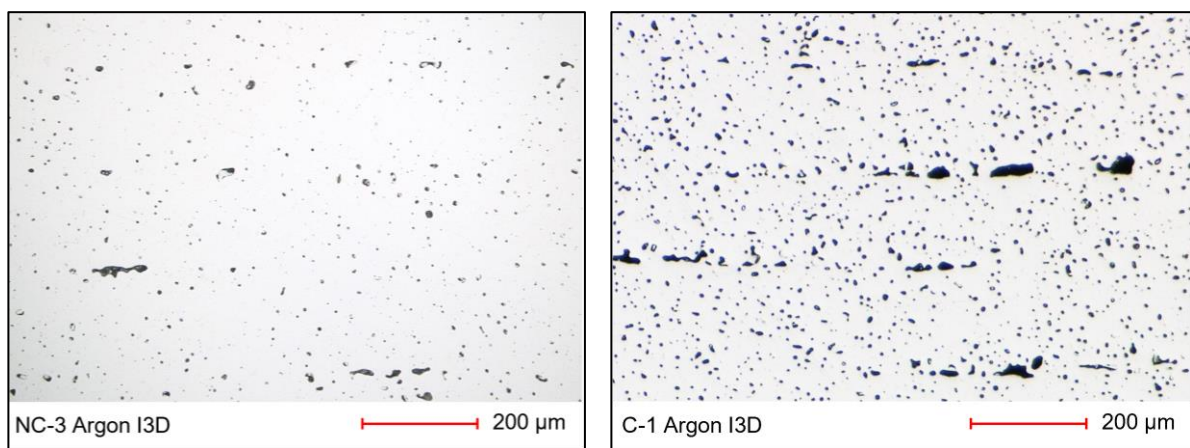


Figure 92 : Comparaison de la porosité entre C-1 et NC-3 pour le frittage sous Argon

L'influence de l'atmosphère de frittage en environnement confiné ainsi que celle du procédé sont étudiées dans la section suivante.

III.3. Influence de l'atmosphère de frittage et du procédé en environnement confiné

La Figure 93 illustre la densité des échantillons en fonction de l'atmosphère de frittage et du procédé, après frittage en environnement confiné (à l'exception de l'hydrogène).

Pour les pièces imprimées, les résultats montrent que les densités obtenues pour les frittages sous hydrogène et vide sont similaires, autour des 7,9 g/cm³, conformes aux résultats trouvés dans la littérature. Cela représente une densité relative de 99%. Toutefois, la densité des pièces frittées sous argon est beaucoup plus faible, pour les raisons exposées précédemment, avec une densité relative de 90%. Enfin, les pièces frittées sous azote ou RH5 présentent une densité relative encore plus faible, de 89%. Comme reporté dans l'état de l'art, la densité plus faible des échantillons frittés sous atmosphères azotés est attribuable en partie à la création de nitrures de chrome.

En outre, il est connu que l'oxygène entrave le processus de frittage des métaux et entraîne une diminution de la densité du frittage [111]. L'augmentation du taux d'oxygène dans les pièces frittées sous

azote, argon et dans une moindre mesure RH5, peut donc contribuer également à la faible densité des échantillons.

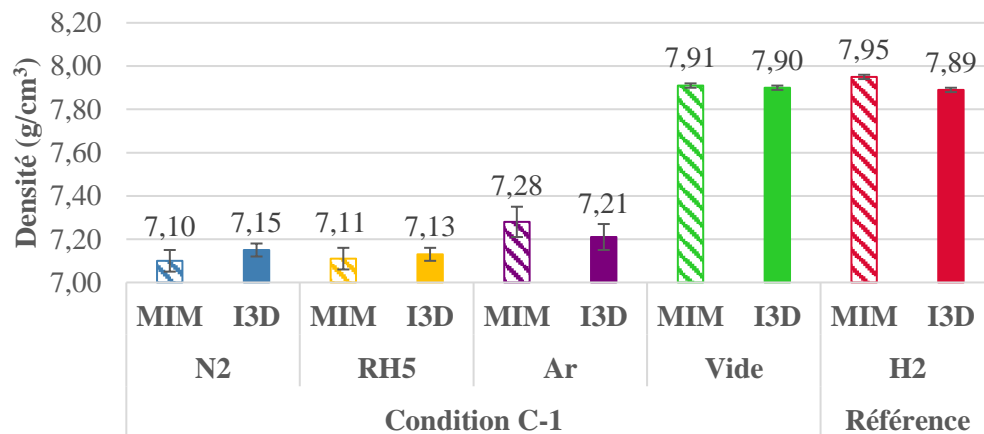


Figure 93 : Densités en fonction de l'atmosphère de frittage et du procédé en environnement confiné

La Figure 93 montre que le procédé MIM produit généralement des pièces légèrement plus denses que celles obtenues par impression 3D. Toutefois, cette différence reste faible et, dans certains cas, les densités observées pour les deux procédés sont très proches, voire similaires si l'on arrondit au dixième. Cela est cohérent avec les mécanismes de fabrication : l'impression 3D génère des porosités supplémentaires entre les cordons et entre les couches, comme le révèlent clairement les micrographies des pièces imprimées (Figure 94, droite). Cependant, ces différences microstructurales ne se traduisent pas toujours par des écarts significatifs de densité mesurée, en particulier pour certaines atmosphères de frittage.

Dans certains cas, les pièces imprimées affichent même une densité légèrement supérieure à celle des pièces injectées, malgré des différences de porosité visibles sur les micrographies. Cette observation pourrait s'expliquer par la méthode de double pesée utilisée pour déterminer les densités. Lors de l'immersion dans l'eau, les porosités ouvertes sont remplies, ce qui les exclut de la mesure et peut ainsi entraîner une surestimation de la densité des pièces imprimées.

Enfin, il semblerait que les porosités inter-couches allongées soient plus fines et moins présentes pour le frittage sous hydrogène que sous RH5. Cela confirme que l'azote a également une influence sur ce type de porosité, bloquant la diffusion, même dans les larges porosités.

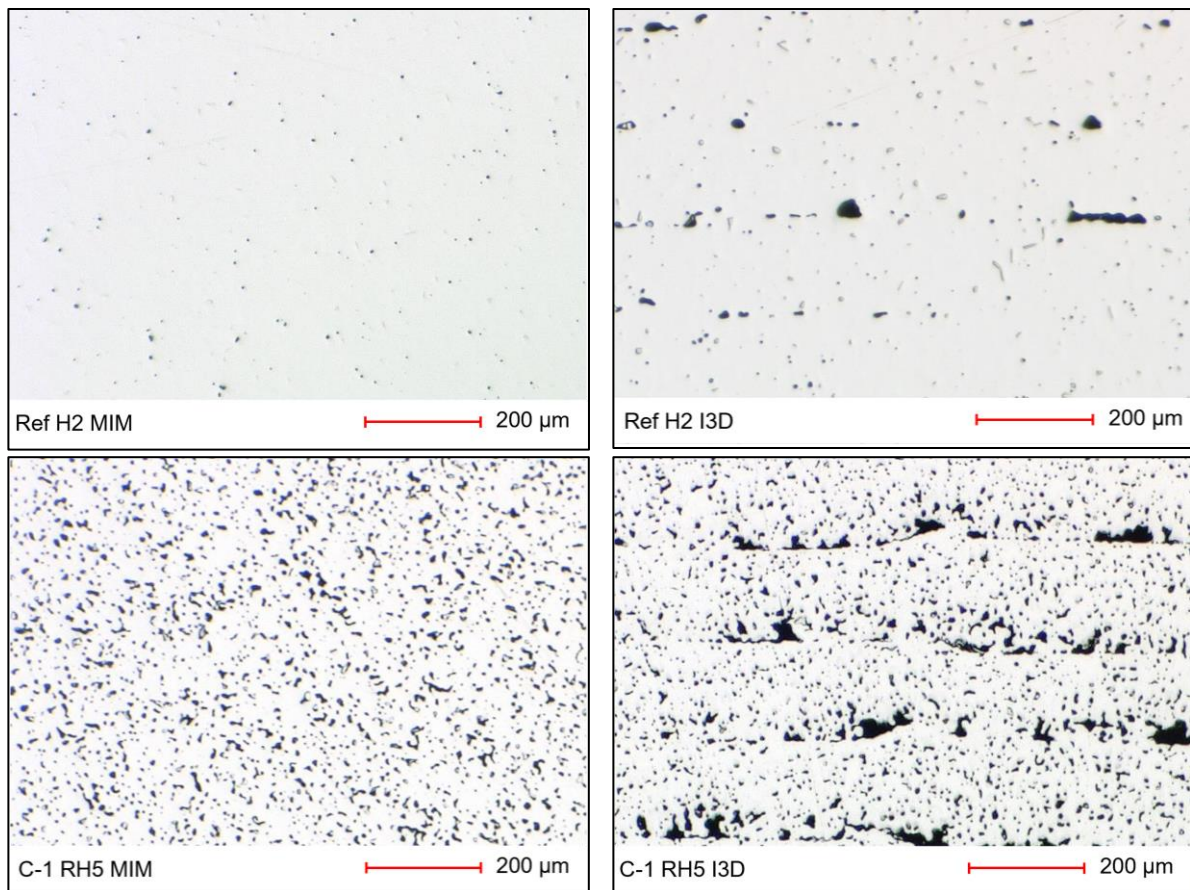


Figure 94 : Exemples de répartition de la porosité différente pour MIM (à gauche) et I3D (à droite)

III.4. Influence du temps et de la température

Dans le chapitre précédent, il a été montré que l'élévation de la température et/ou du temps de frittage porte à l'augmentation de la taille moyenne des grains d'austénite et à l'augmentation du taux de ferrite dans les échantillons. La Figure 95 complète cette étude en présentant la variation de la densité en fonction de ces mêmes paramètres.

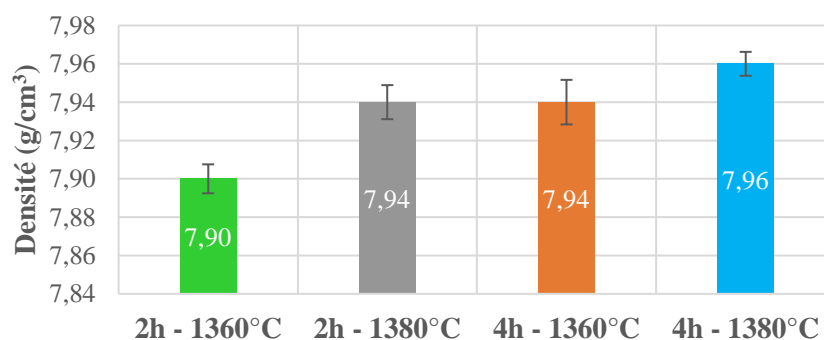


Figure 95 : Densités en fonction du temps et de la température de frittage (sous vide)

Les résultats montrent, conformément à la littérature, que la densité augmente avec le temps et la température. Ces deux paramètres semblent avoir une influence similaire sur la densité des pièces puisque les frittages intermédiaires (2h – 1380°C et 4h – 1360°C) donnent des pièces avec des densités

identiques. Le frittage le plus long et à la température la plus élevée (4h – 1380°C) permet d'atteindre une densité très proche de celle obtenue par les procédés conventionnels, soit environ 8 g/cm³.

En outre, la ferrite a un effet bénéfique sur la densification des pièces. Avant que la ferrite δ ne se forme, le transport de matière se fait principalement le long des joints de grains d'austénite. Quand la ferrite δ apparaît aux joints de grains de l'austénite, le mécanisme de transport de matière change car il est facilité entre les interfaces δ/γ . D'une part, cette diffusion est facilitée par les lacunes interfaciales présentes aux interfaces entre les deux phases. D'autre part, la diffusion des atomes à l'intérieur de la ferrite δ est beaucoup plus rapide. En effet, les atomes se déplacent plus facilement dans la ferrite que dans l'austénite en raison de la densité d'empilement atomique plus faible de la ferrite [147, 197]. Par conséquent, l'augmentation du taux de ferrite avec le temps et la température de frittage contribue à la densification des pièces.

IV. Influence des conditions de frittage et du procédé sur les propriétés mécaniques

Il a été démontré que les paramètres de frittage influencent les éléments chimiques présents (principalement l'azote et le carbone), les phases et constituants, ainsi que la densité des pièces. Par conséquent, ces différences peuvent affecter les propriétés mécaniques. Celles-ci sont donc étudiées par la suite afin de comprendre l'influence de ces différents éléments sur les propriétés mécaniques des pièces.

IV.1. Influence des conditions de frittage sur la macro-dureté

Dans le chapitre 2, il a été montré que l'atmosphère de frittage avait une influence significative sur la dureté des pièces à l'échelle microscopique. Pour rappel, les échantillons frittés sous argon, vide ou hydrogène présentent tous une dureté identique (2,4 H_{IT}), malgré un taux de carbone supérieure dans les échantillons frittés sous argon. En revanche, les échantillons frittés sous azote et RH5, présentent une dureté supérieure, que ce soit pour l'austénite (environ 3,0 H_{IT}) ou la perlite azotée (environ 4,3 H_{IT}). Cette dureté microscopique ne prend toutefois pas en compte la porosité, qui peut influencer grandement la dureté macroscopique. Par conséquent, dans la suite sera étudié la dureté macroscopique, avec un duromètre Vickers (DIATESTOR 2RC - ESM-07) et une charge de 30 kg. Cette charge permet, pour les échantillons présentant beaucoup de porosités, d'englober plusieurs dizaines de porosités et de recouvrir plusieurs couches d'impression (Figure 96).

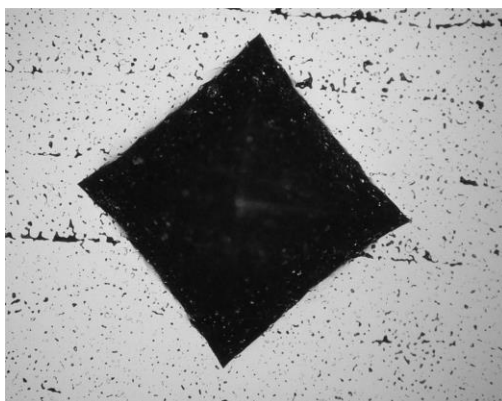


Figure 96 : Exemple d'indentation Vickers

La Figure 97 présente la macro-dureté des échantillons imprimés en fonction des atmosphères de frittage. La dureté des échantillons frittés sous hydrogène et sous vide est similaire, autour de 130 HV30, ce qui est supérieur à la dureté minimale donnée par le fournisseur, qui est de 120 HV. En revanche, pour les échantillons frittés sous argon, la dureté chute malgré une micro-dureté identique, ce qui montre que les porosités impactent négativement la dureté globale. Cela confirme les résultats de la littérature qui montrent que l'effet de l'augmentation de la densité est plus important sur les propriétés que l'addition de carbone [198].

Cependant, les échantillons frittés sous azote et RH5, bien qu'ayant un taux de porosité élevé, présentent une dureté comparable, voire supérieure, à celle des échantillons de référence et de ceux frittés sous vide, avec une dureté autour de 140 HV30. Cela montre donc que les nitrures et l'azote en solution solide compensent l'effet des porosités.

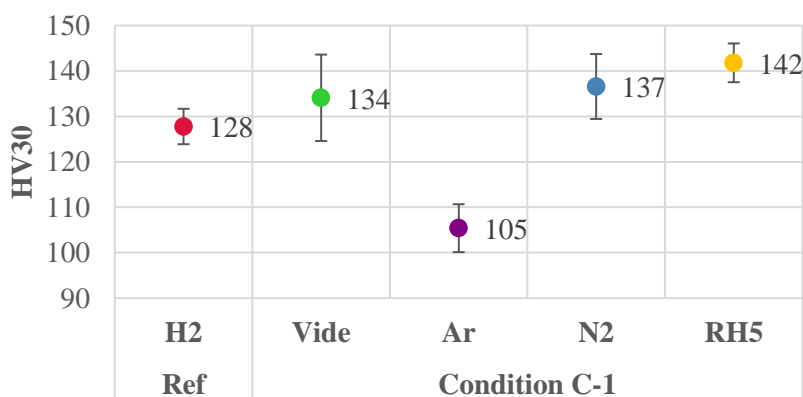


Figure 97 : Dureté Vickers en fonction des atmosphères de frittage

IV.2. Influence des conditions de frittage sur les propriétés mécaniques en traction

Dans cette partie seront étudiées les propriétés mécaniques en traction des échantillons de référence frittés sous hydrogène et des échantillons frittés avec la condition C-1. Pour rappel, les échantillons frittés avec la condition NC-3 sous argon et azote ont donné des échantillons non viables à cause de la formation d'oxydes et de la forte déformation des pièces. Par conséquent, seuls les échantillons frittés sous RH5 avec la condition NC-3 seront inclus dans l'étude. De plus, les échantillons frittés sous vide

n'ayant montré aucune différence de microstructure et de teneur en élément d'insertion entre les deux conditions, seule la condition C-1 sera étudiée pour cet environnement.

IV.2.1. Méthode

IV.2.1.1. Dispositif expérimental et grandeurs d'intérêts

Les performances mécaniques statiques des pièces denses, MIM ou imprimées avec un remplissage à 100%, ont été évaluées via des essais de traction. Les essais ont été réalisés sur une machine d'essais universelle (5800, Instron) avec une cellule d'effort de 50 kN.

Les grandeurs étudiées, présentées dans le chapitre 1, sont les modules de Young (E), l'allongement à rupture (A), la résistance mécanique (R_m) et la limite d'élasticité conventionnelle ($R_{p0,2}$) (Figure 98).

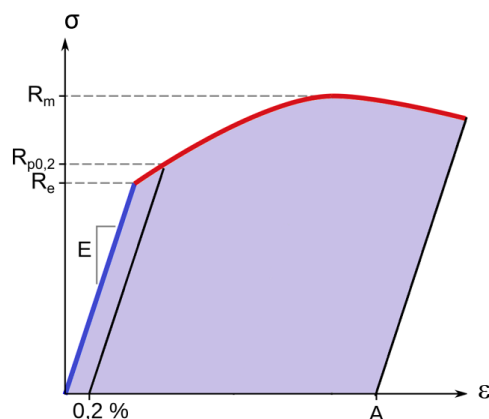


Figure 98 : Exemples de courbe de traction conventionnelle

Le schéma du dispositif expérimental qui a été utilisé est présenté en Figure 99 (a). L'allongement moyen de l'échantillon a été mesuré à l'aide d'un extensomètre collé sur une des deux faces (Figure 99(b)). Toutefois, l'extensomètre a été retiré avant la rupture pour deux raisons : d'une part, pour certaines atmosphères, l'allongement des éprouvettes dépassait la course de l'extensomètre et, d'autre part, pour éviter de l'endommager lors de la rupture. Par conséquent, l'extensomètre sert à mesurer le module de Young et la limite d'élasticité. La résistance mécanique et l'allongement à rupture sont mesurés grâce au déplacement de la traverse.

La machine est pilotée en déplacement. Le pilotage de l'essai, ainsi que l'enregistrement des données ont été réalisés via le module Python Crappy (*Command and Real-time Acquisition in Parallelized Python*). Crappy est une bibliothèque open-source développée au sein du LaMcube. Elle se présente comme un environnement numérique programmable conçu pour gérer des essais expérimentaux qui nécessite la coordination simultanée de plusieurs commandes d'actionneurs et l'acquisition de données en temps réel [199, 200]. Les données récupérées sont la force, le déplacement de la traverse et la déformation mesurée par l'extensomètre.

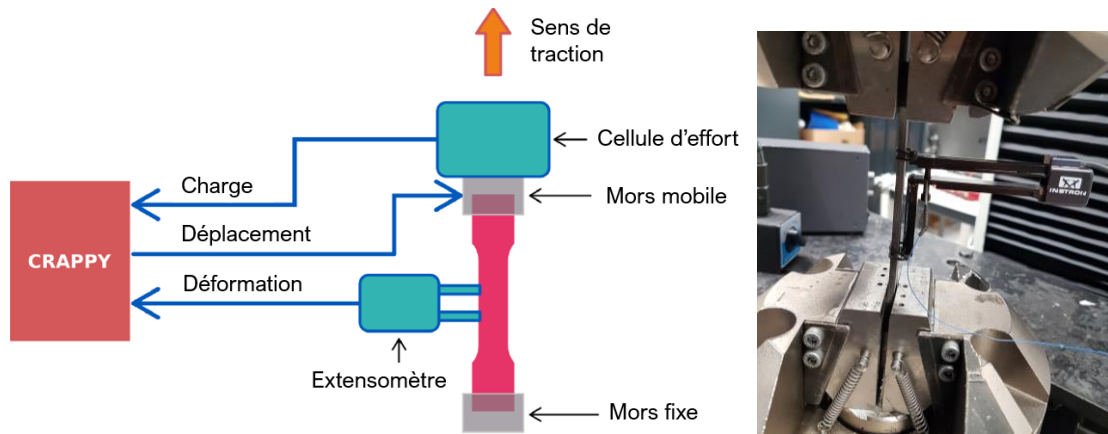


Figure 99 : (a) Dispositif expérimental de traction [1] (b) Extensomètre collé sur l'éprouvette

IV.2.1.2. Courbe conventionnelle

La contrainte est définie comme le rapport entre l'effort appliqué et la surface de la section de l'éprouvette perpendiculaire à cet effort :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (\text{Équation 10})$$

Avec σ la contrainte (en MPa) ; F la force (en N) ; S_0 la section initiale de l'éprouvette (en mm²).

En général, la déformation relative ε est donnée par :

$$\varepsilon = \frac{L - L_0}{L_0} = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (\text{Équation 11})$$

où L_0 est la longueur calibrée, qui peut être la longueur initiale de la zone utile de l'éprouvette, la longueur initiale entre deux points de références ou encore la longueur initiale de l'extensomètre (en mm) ; L est la distance entre repères qui augmente avec celle de la valeur du déplacement de la traverse (en mm).

Dans notre cas, L_0 est soit la longueur initiale de l'extensomètre (50 mm), soit, pour les données récupérées sur la traverse, la longueur de l'éprouvette avant la courbure des têtes. Cette longueur a été mesurée en calculant le retrait après frittage et en l'appliquant à la longueur utile du modèle CAO (Figure 100), sur chaque éprouvette.

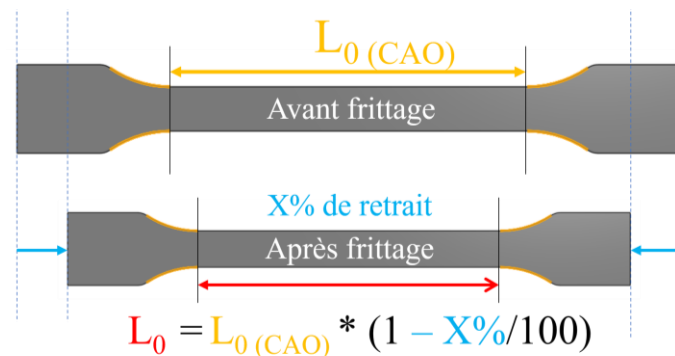


Figure 100 : Longueur utile des éprouvettes

Enfin, dans la partie élastique, le module de Young est donné par :

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (\text{Équation 12})$$

IV.2.1.3. Endommagement

Les échantillons ont été soumis à une charge cyclique croissante. Une fois une certaine force atteinte, le sens du déplacement est inversé et une décharge est effectuée pour ramener l'échantillon à force quasi-nulle. Ce cycle est répété en augmentant la valeur de la force à atteindre à chaque itération, jusqu'à ce que l'éprouvette se rompe. Ces cycles permettent de mettre en évidence l'éventuelle dégradation des performances du matériau à travers l'évolution du module de Young au cours des différentes phases de déformation élastique et plastiques. Les modules ont été mesurés pour chaque décharge.

Toutefois dans la suite, pour faciliter la lecture, les cycles ont été retirés et seule l'enveloppe extérieure a été conservée, comme l'illustre la Figure 101. On peut noter sur la figure que la décharge n'a pas été effectuée jusqu'à force nulle, afin d'éviter des problèmes de jeux mécaniques liés à la machine.

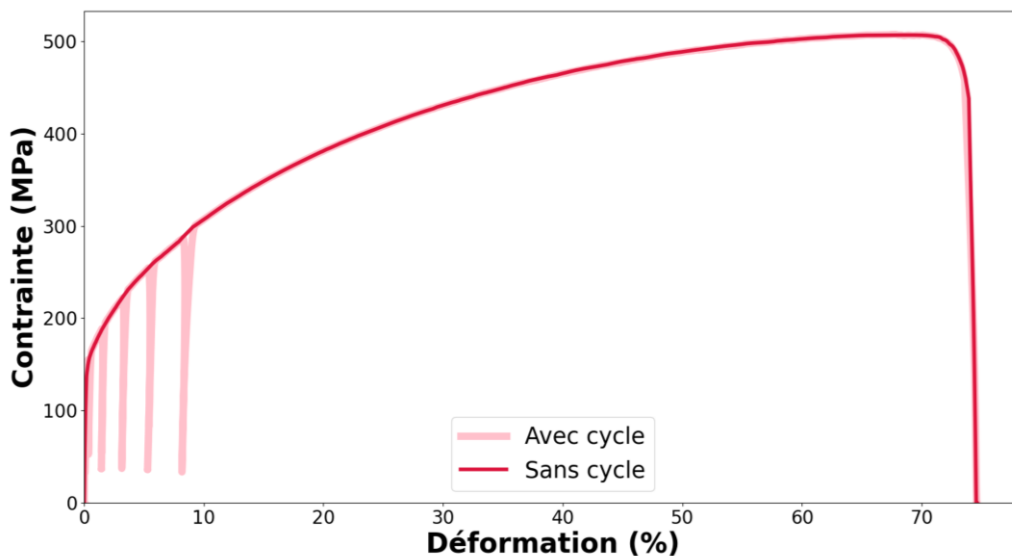


Figure 101 : Exemple de retrait de cycle

IV.2.1.4. Difficultés rencontrées

Plusieurs difficultés ont été rencontrées au cours des essais de traction et sont présentées en annexe 3. Les problèmes ont réduit le nombre de données disponibles pour l'analyse des propriétés mécaniques. Le Tableau 18 donne le nombre d'échantillons qui ont pu être analysés par propriété, en fonction de l'atmosphère et du procédé.

Tableau 18 : Nombre d'échantillons étudiés par propriété en fonction de l'atmosphère et du procédé

Atmosphère	Procédé	Module de Young	Limite d'élasticité	Résistance mécanique	Allongement à rupture
Hydrogène	MIM	3	6	5	4
	I3D	6	6	6	6
Vide	MIM	4	4	4	4
	I3D	4	3	4	4
Argon	MIM	3	8	3	4
	I3D	4	8	8	8
Azote	MIM	3	6	12	8
	I3D	3	4	11	9
RH5	MIM	4	5	7	11
	I3D	4	4	10	11

Une des difficultés concerne l'injection des éprouvettes MIM. Les éprouvettes ont été injectées au SIRRIS, institut de recherche spécialisé entre autres dans l'injection de polymères. Toutefois, ces derniers n'avaient pas l'habitude d'injecter des mélanges chargés. Par conséquent, plus de la moitié des éprouvettes injectées ont présenté des défauts d'injection, notamment des manques de matières internes. Ces défauts sont visibles en radiographie, comme sur la Figure 102 (a) ou parfois à l'œil nu après rupture, comme sur la Figure 102 (b). Elles ont donc été écartées, ce qui explique en partie les variations dans le nombre d'éprouvettes analysées.

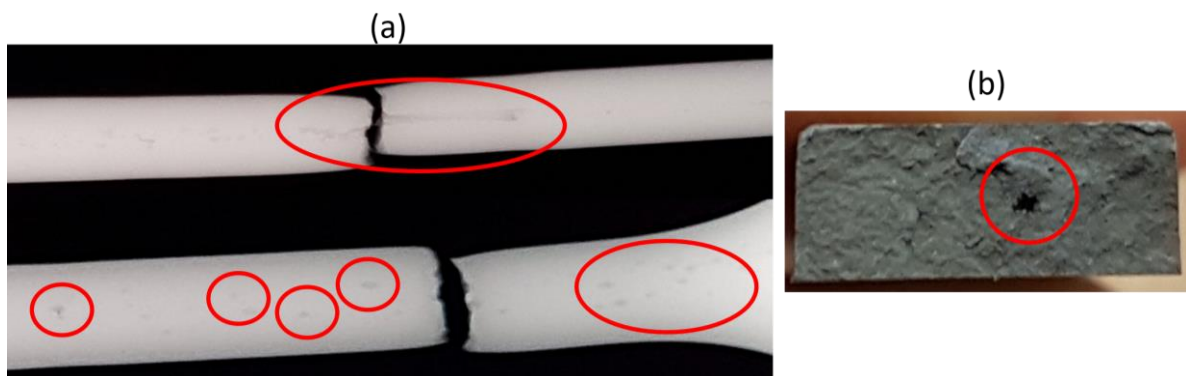


Figure 102 : Défauts d'injection visibles après essais de traction, en radiographie (a) ou vus à l'œil nu (b)

IV.2.2. Influence de l'atmosphère de frittage en environnement confiné

IV.2.2.1. Courbes conventionnelles

La Figure 103 illustre des exemples de courbes de traction pour chaque atmosphère de frittage, pour des pièces imprimées. Les frittages ont été réalisés selon la condition C-1, à l'exception de l'hydrogène.

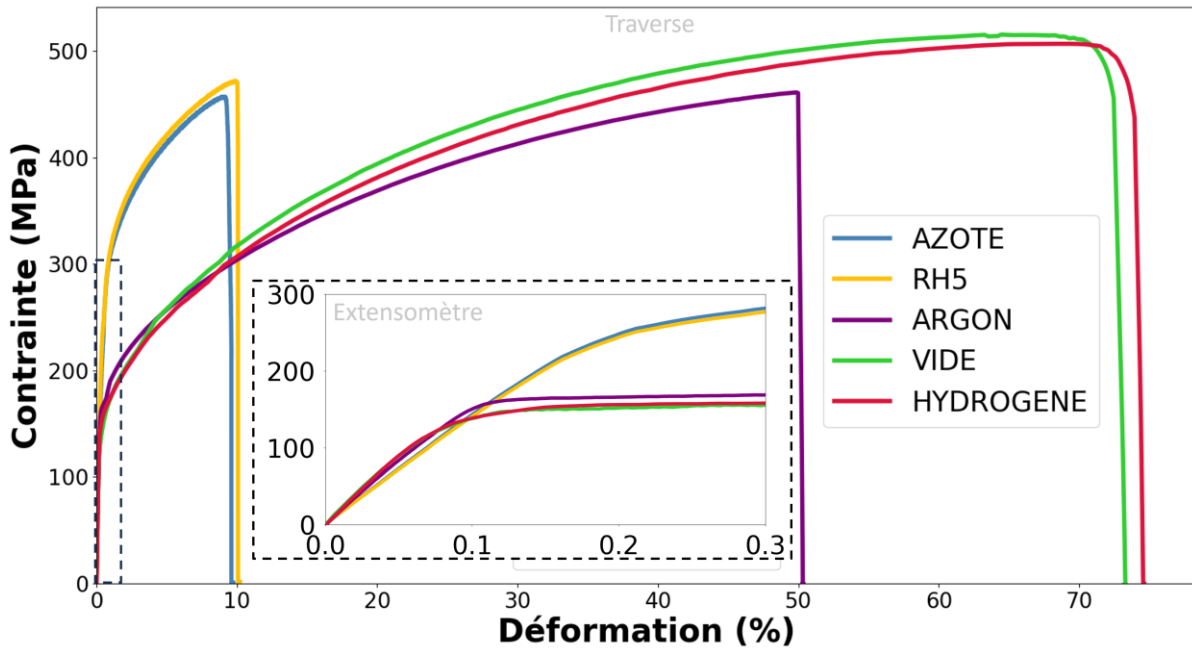


Figure 103 : Exemples de courbes de traction en fonction des atmosphères de frittage

Trois groupes se distinguent clairement :

- **Vide et hydrogène** : Le frittage dans ces environnements conduit à un comportement très similaire, caractérisé par un très grand allongement à rupture et les résistances mécaniques et modules de Young les plus élevés.
- **Azote et RH5** : Les éprouvettes frittées sous ces atmosphères présentent un comportement identique, avec un allongement à rupture et des modules de Young nettement inférieurs à ceux du premier groupe, une résistance mécanique légèrement plus faible, mais une limite d'élasticité beaucoup plus élevée.
- **Argon** : Les échantillons frittés sous cette atmosphère montre un allongement à rupture, une limite d'élasticité et un module de Young intermédiaires et une résistance mécanique plus faible.

IV.2.2.2. Modules de Young

Les différentes normes relatives à l'AISI 316L et notamment au MIM, ne donnent pas de valeur minimale pour le module de Young mais la norme ASTM B883-10 [23] donne une valeur typique de 190 GPa. Par conséquent, il est possible d'affirmer que les frittages sous vide et sous hydrogène produisent des valeurs conformes à cette norme, même pour les procédés de type MIM-like (Tableau 19). En revanche, les modules de Young sont plus faibles pour les frittages sous argon, azote et RH5. Les frittages économiques dans ces conditions amènent donc à une dégradation de la rigidité, sauf sous vide.

Tableau 19 : Module de Young en fonction de l'atmosphère et du procédé

Condition	Atmosphère	E (GPa)
C-1	AZOTE	153 ± 5
	RH5	151 ± 7
	ARGON	152 ± 6
	VIDE	187 ± 3
Référence	HYDROGENE	183 ± 1

La Figure 104 illustre la relation entre les modules de Young et les densités des échantillons. Bien que cette section se concentre sur l'effet des atmosphères de frittage, les valeurs des modules des pièces MIM ont été incluses afin de démontrer la dépendance de la rigidité à la densité. Le coefficient de corrélation linéaire, très proche de 0,99, indique que les modules de Young dépendent linéairement de la densité. Ainsi, le taux de porosité joue un rôle prépondérant sur la rigidité du matériau. Cette dépendance à la densité est connue dans la littérature notamment celle qui traite des structures métalliques poreuses [132]. Toutefois, pour une gamme de modules et de densités plus étendue, la relation ne serait plus nécessairement linéaire.

La présence de pores signifie qu'une certaine proportion du volume du matériau est occupée par des vides, réduisant ainsi la quantité de matériau solide disponible pour supporter une charge. Cette réduction de la matière solide entraîne une déformation plus importante sous une contrainte donnée, ce qui se traduit par une diminution du module de Young. En d'autres termes, plus la porosité est élevée, plus le matériau est susceptible de se déformer élastiquement, diminuant ainsi sa rigidité globale.

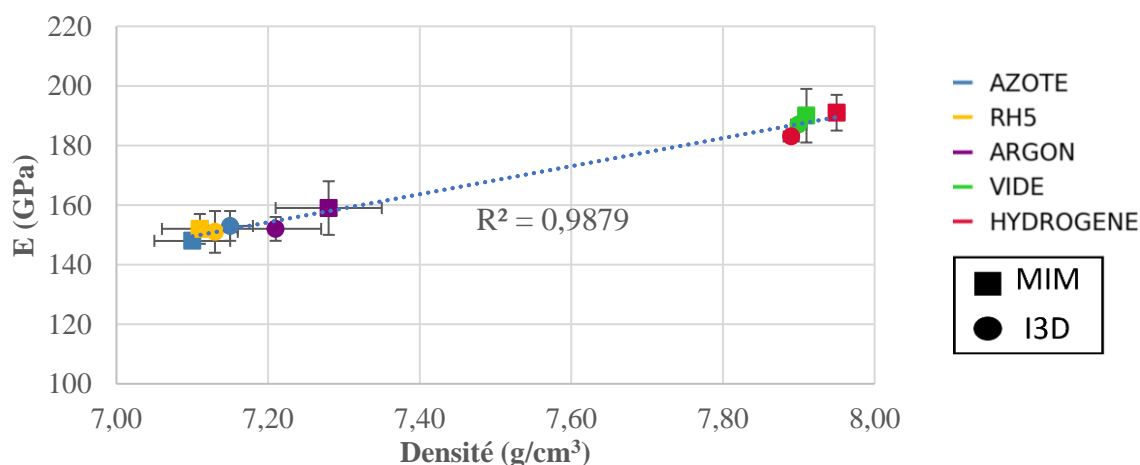


Figure 104 : Modules de Young en fonction de la densité

La Figure 105 présentent les modules de Young mesurés à la décharge sur les différents cycles de charge croissante effectués. Chaque couleur correspond à une éprouvette (3 au total) et la ligne rouge correspond à la limite d'élasticité moyenne mesurée pour chaque atmosphère.

Pour toutes les éprouvettes, les modules de Young restent constants jusqu'à la limite d'élasticité. Cependant, une fois cette limite atteinte ou immédiatement après, les modules commencent à diminuer. Cette observation est particulièrement marquée pour les éprouvettes frittées sous hydrogène, vide et

argon mais des investigations supplémentaires au-delà de la limite d'élasticité sont nécessaires pour confirmer cette observation pour les autres atmosphères.

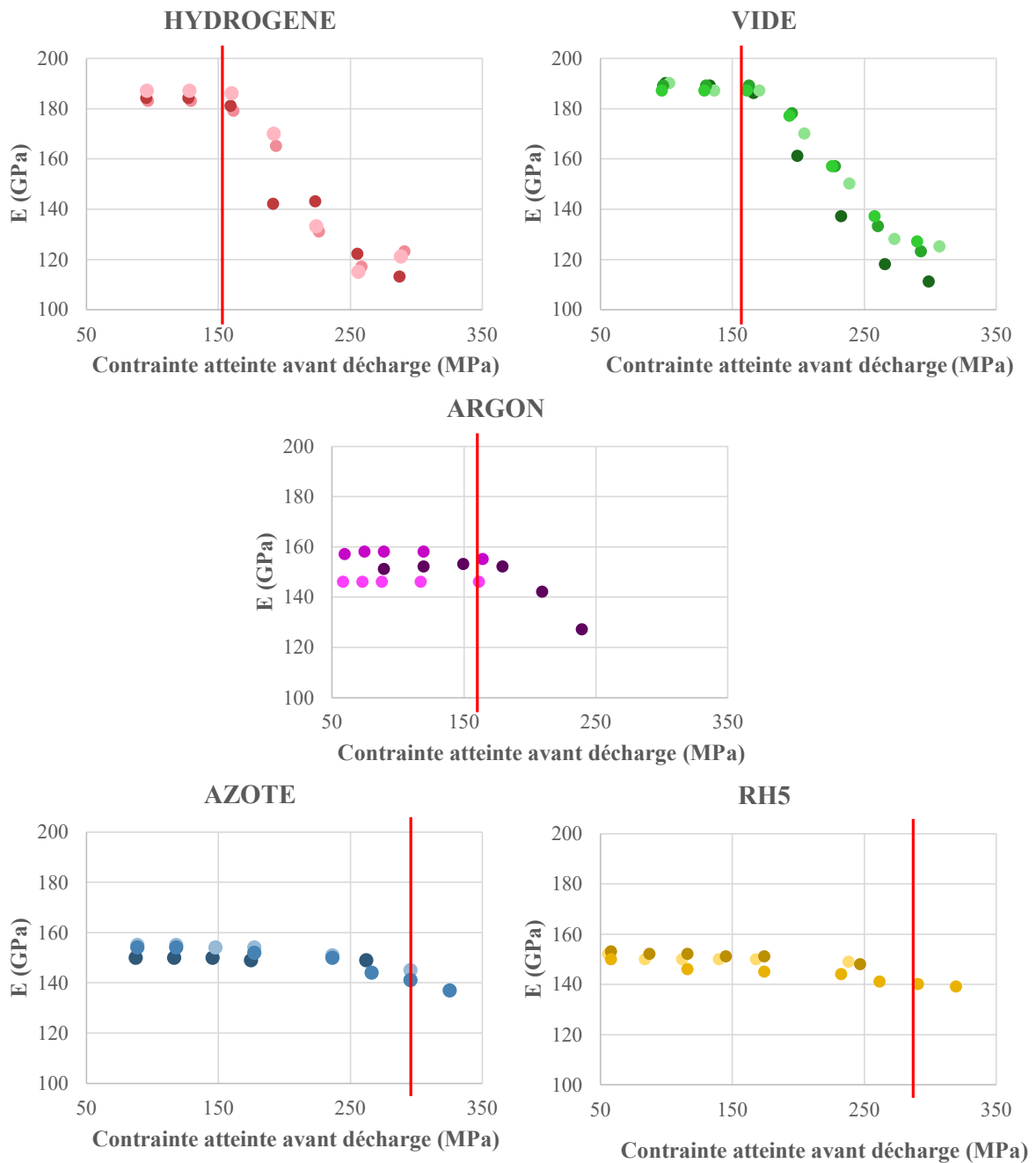


Figure 105 : Etude des modules de Young mesurés à la décharge, en fonction de la contrainte et des atmosphères de frittage pour des éprouvettes imprimées. Les traits rouges représentent les $R_{p0,2}$ moyens.

Cette diminution suggère donc la présence d'endommagement. Un endommagement signifie que des microfissures et/ou des cavités se forment dans le matériau après dépassement de la limite d'élasticité. Les cavités se forment principalement sur des défauts, tels que des inclusions, et les microfissures se forment surtout à partir des porosités angulaires qui concentrent les contraintes [201]. A mesure que la contrainte augmente, les cavités se multiplient et coalescent et les microfissures grandissent. La surface

efficace capable de supporter les charges appliquées diminue donc, ce qui entraîne une diminution du module de Young.

IV.2.2.3. Limite d'élasticité

Le Tableau 20 présente les résultats des limites élastiques en fonction des différentes atmosphères de frittage et différents résultats annexes ont été reportés dans ce tableau.

Selon la norme ASTM B883-10 [23], la limite d'élasticité minimale requise pour un AISI 316L fabriqué par MIM est de 140 MPa. Cette exigence est respectée pour toutes les atmosphères étudiées. Cependant, il est notable que la limite d'élasticité est presque doublée lorsque le frittage est réalisé sous atmosphère azotée. En outre, contrairement au module de Young, la densité ne semble pas avoir d'influence sur la résistance élastique.

Tableau 20 : Limite conventionnelle en fonction de l'atmosphère de frittage et de différents paramètres

	Référence	C-1			
	Hydrogène	Vide	Argon	Azote	RH5
Rp0,2 (MPa)	153 ± 5	157 ± 1	161 ± 4	296 ± 8	287 ± 14
Densité (g/cm³)	7,89 ± 0,01	7,90 ± 0,01	7,21 ± 0,06	7,15 ± 0,03	7,13 ± 0,03
%C (m/m)	0,009 ± 0,0001	0,007 ± 0,002	0,058 ± 0,001	0,059 ± 0,011	0,064 ± 0,008
%N (m/m)	0,001 ± 0,0001	0,004 ± 0,0002	0,012 ± 0,002	0,468 ± 0,115	0,429 ± 0,071
Taille des grains (µm)	51 ± 19	41 ± 13	49 ± 22	26 ± 14	26 ± 15

La relation de Hall-Petch n'est pas applicable dans le cas de notre étude car les microstructures sont différentes. Toutefois, la Figure 106 révèle que la limite d'élasticité conventionnelle dépend fortement et linéairement de la concentration en azote, avec un coefficient de corrélation de 0,999. Néanmoins, la linéarité observée doit être interprétée avec prudence, car les points de données sont peu nombreux et relativement éloignés les uns des autres, ce qui pourrait limiter la robustesse de cette conclusion.

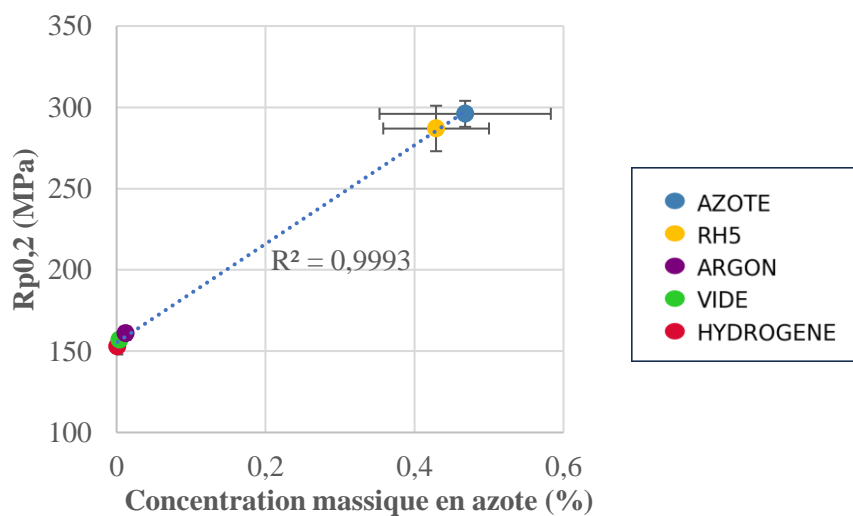


Figure 106 : Relation entre le taux d'azote et la limite d'élasticité pour les différentes atmosphères de frittage en condition C-1

IV.2.2.4. Résistance mécanique et allongement à rupture

Le Tableau 21 et la Figure 107 présentent les résultats de résistance mécanique et d'allongement à la rupture pour des pièces imprimées, en fonction des conditions de frittage. Le carré bleu dans la Figure 107 représente les valeurs minimales requises dans la norme ASTM B883-10 [23]. Les conditions de frittage sous hydrogène et sous vide mènent à des valeurs de résistance mécanique et d'allongement à la rupture similaires, toutes deux conformes aux exigences de la norme. En revanche, les frittages sous azote et RH5 conduisent à des valeurs d'allongement à la rupture nettement en deçà des exigences requises ; et des valeurs de résistance mécanique proche des exigences requises par valeurs inférieures. Enfin, le frittage sous argon entraîne un allongement à la rupture intermédiaire, conforme à la norme, mais une résistance mécanique également proche des exigences requises par valeurs inférieures.

Tableau 21 : Résistance mécanique et allongement à rupture en fonction des atmosphères de frittage

	Référence	C-1			
	Hydrogène	Vide	Argon	Azote	RH5
Rm (MPa)	498 ± 11	516 ± 3	450 ± 13	451 ± 14	452 ± 14
A (%)	72 ± 2	71 ± 1	49 ± 4	9 ± 1	8 ± 1

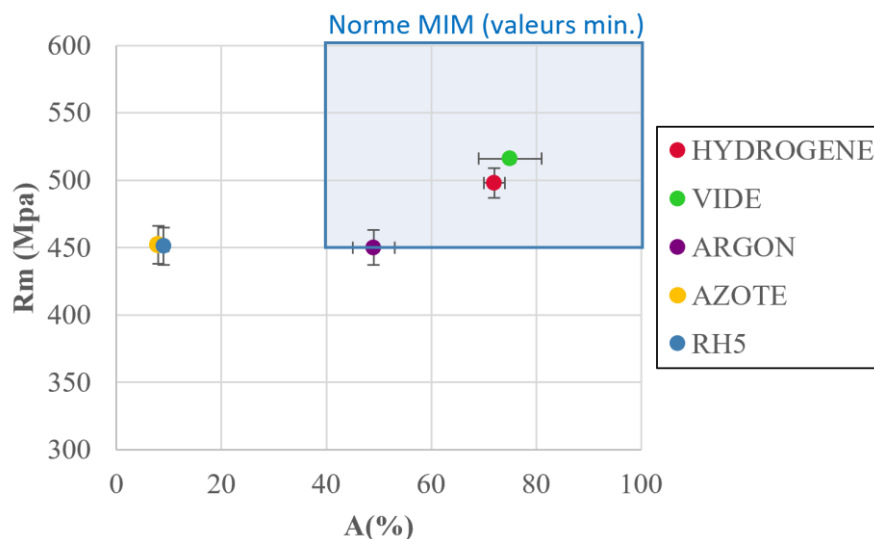


Figure 107 : Résistance mécanique en fonction de l'allongement à rupture et de l'atmosphère de frittage. Le carré bleu représente les valeurs minimales données dans la norme ASTM B883-10

Concernant la résistance mécanique, aucune relation mathématique simple n'a pu être établie entre cette propriété et les autres paramètres étudiés précédemment. Toutefois, il semble que, de manière générale, une densité plus élevée conduit à une résistance mécanique accrue. Les éprouvettes frittées sous atmosphères azotées, bien que présentant un taux de porosité légèrement supérieur, présentent une résistance mécanique similaire à celle des échantillons frittés sous argon. Cela pourrait être lié à l'ajout d'azote, même si son effet n'est pas aussi prononcé que sur la limite d'élasticité. Enfin, en ce qui concerne les frittages sous hydrogène et sous vide, la résistance légèrement supérieure des éprouvettes frittées sous vide peu probablement s'expliquer par une taille de grains plus petite.

La même considération s'applique à l'allongement à rupture pour lequel aucune relation n'a pu être trouvée. Il est probable que le taux de porosité influence l'allongement, entraînant des valeurs plus faibles. Cependant, il est clair que l'azote joue un rôle crucial puisque les allongements diminuent de manière significative entre l'argon et les gaz contenant de l'azote, malgré des densités similaires et des niveaux de carbone équivalents.

IV.2.2.5. Modes et faciès de rupture

La ductilité très limitée des éprouvettes frittées sous azote pourrait suggérer un mode de rupture fragile. De plus, les éprouvettes frittées sous argon, azote et RH5 présentent très peu de striction. Cela se manifeste notamment sur les courbes de traction conventionnelles où la contrainte ne diminue pas ou très peu avant la rupture (voir Figure 103).

Toutefois, les observations des faciès de rupture au microscope électronique à balayage (MEB), révèlent que les faciès sont similaires (Figure 108). Les couches sont visibles à cause des porosités allongées. En outre, des cavités (*dimples*, en anglais), témoins d'une rupture ductile, sont présentes.

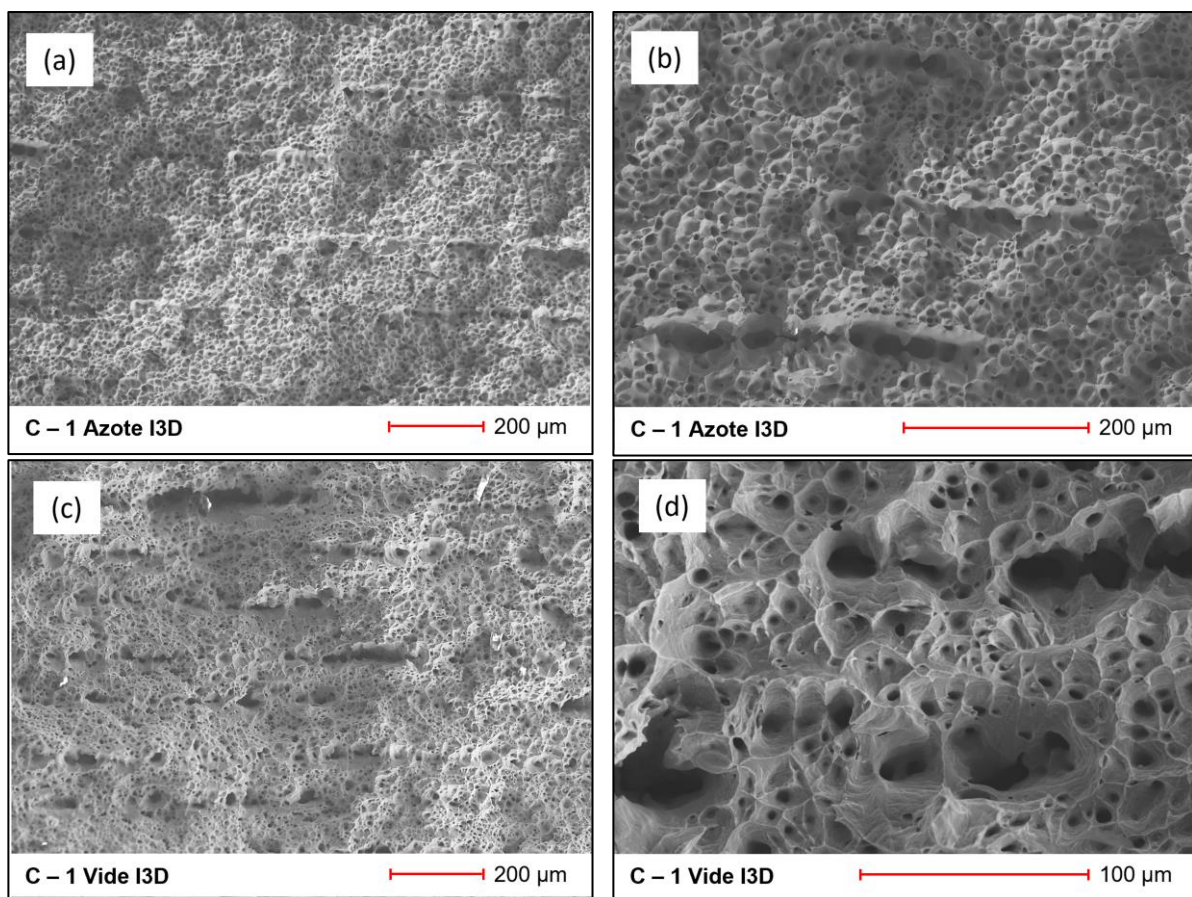


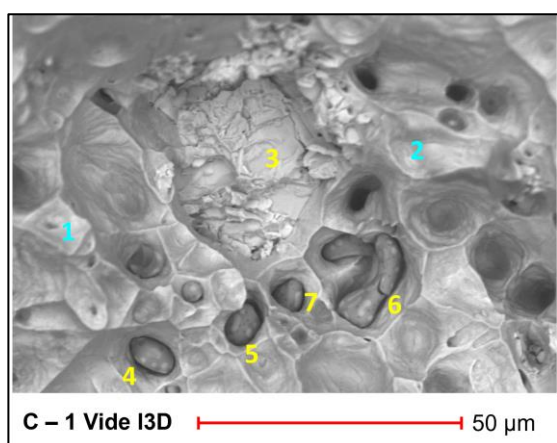
Figure 108 : Exemples de faciès de rupture vus au MEB à différents grossissement

Comme expliqué précédemment, la formation des cavités commence par la nucléation de microcavités autour des inclusions, des particules secondaires ou des défauts dans le matériau. Sous l'effet des contraintes appliquées, ces microcavités s'agrandissent et finissent par coalescer, formant des cavités plus grandes. Le même mécanisme de coalescence se répète plusieurs fois à partir de cavités de tailles

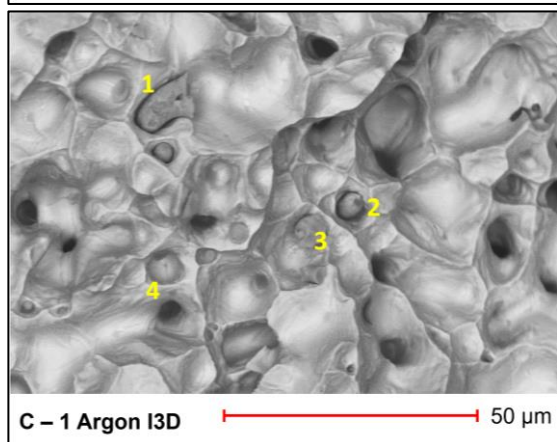
différentes, ce qui donne aux surfaces de ruptures ductiles des métaux un aspect fractal très caractéristique [201].

En outre, dans ces faciès de rupture, de nombreuses inclusions sont présentes. La Figure 109 illustre ces inclusions, accompagnées des analyses réalisées par spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) présentées dans les tableaux. Les éléments trouvés en excès significatif sont signalés en rouge. Il est important de noter que le matériel utilisé ne permet pas de quantifier les éléments légers tels que le carbone et l'oxygène.

Les analyses EDS montrent que ces inclusions sont riches en silicium, manganèse, molybdène et/ou chrome. Elles sont observées à la surface de tous les faciès de rupture, y compris pour les éprouvettes frittées sous hydrogène dans des conditions industrielles et se retrouvent dans de nombreuses études de la littérature pour tous les types de procédé impliquant du frittage [95, 109, 117, 150, 187, 193]. Z. Brytan [95] a par exemple mis en évidence la présence d'oxydes complexes tels que SiO_2 , Fe_2O_3 et Cr_2O après frittage sous vide pour de l'AISI 316L. Il explique que le dioxyde de silicium SiO_2 est le type d'oxyde le plus préjudiciable à une bonne liaison des particules pendant le frittage. Leur présence permet donc d'expliquer certaines défaillances prématurées.



Point	%Si	%Cr	%Mn	%Fe	%Ni	%Mo
N°1	0,80	18,1	1,28	69,2	8,62	2,05
N°2	0,25	20,8	1,36	68,9	8,10	0,55
N°3	1,39	26,1	1,40	60,9	4,40	5,82
N°4	19,1	4,30	43,7	8,0	0,03	24,9
N°5	0,11	9,33	68,6	19,5	2,48	0,00
N°6	0,34	10,7	68,9	18,2	1,18	0,69
N°7	0,11	31,2	14,2	51,1	1,70	1,78



Point	%Si	%Cr	%Mn	%Fe	%Ni	%Mo
N°1	25,9	3,62	59,2	4,62	0,62	3,66
N°2	22,0	7,66	57,8	9,26	1,64	1,64
N°3	30,1	6,11	54,6	7,54	0,95	0,76
N°4	0,46	23,2	1,90	69,9	4,09	0,48

Figure 109 : Exemples d'inclusions et leur analyse par EDS (pourcentages massiques). Les nombres en bleu sont des points de références et ceux en jaune ciblent des inclusions.

IV.3. Influence du procédé

IV.3.1. Propriétés mécaniques

La Figure 110 permet de comparer les courbes de traction des procédés MIM et MIM-like pour les échantillons frittés sous hydrogène, vide et argon. Les traits pleins représentent les éprouvettes imprimées, tandis que les traits en pointillé représentent les éprouvettes injectées. On constate que les courbes de traction des deux procédés sont relativement similaires pour ces atmosphères.

Les valeurs du Tableau 22 montrent, pour ces trois atmosphères, que les résistances mécaniques et limites élastiques moyennes sont légèrement plus élevées en MIM qu'en MIM-like, en raison des densités légèrement supérieures.

Tableau 22 : Comparaison des propriétés mécaniques entre les procédés MIM et MIM-like en fonction des atmosphères de frittage

Propriétés	HYDROGENE		VIDE		ARGON		AZOTE		RH5	
	MIM	I3D	MIM	I3D	MIM	I3D	MIM	I3D	MIM	I3D
Rm (MPa)	509 ± 9	498 ± 11	531 ± 4	516 ± 3	471 ± 5	450 ± 13	503 ± 14	451 ± 14	501 ± 13	452 ± 14
Rp0,2 (MPa)	157 ± 5	153 ± 5	170 ± 7	157 ± 1	174 ± 3	161 ± 4	283 ± 5	296 ± 8	281 ± 10	287 ± 14
A (%)	76 ± 3	72 ± 2	67 ± 5	71 ± 1	45 ± 5	49 ± 4	18 ± 2	8 ± 1	18 ± 2	9 ± 1
E (GPa)	191 ± 6	183 ± 1	190 ± 9	187 ± 3	159 ± 9	152 ± 6	152 ± 5	151 ± 7	148 ± 2	153 ± 5

Dans le cas de l'hydrogène, l'allongement à rupture est plus élevé en MIM qu'en MIM-like, ce qui est cohérent avec une diminution de la porosité. En revanche, pour les échantillons traités sous vide et sous argon, l'allongement à rupture est inférieur. Cela suggère la présence de défauts critiques dans certaines éprouvettes MIM, possiblement liés à des problèmes d'injection comme exposé précédemment, bien que ces défauts ne soient pas visibles sur les radiographies réalisées après l'essai. Cette hypothèse est corroborée par les ruptures prématurées observées sur les courbes A et C des éprouvettes frittées sous vide (Figure 110 (b)). La différence pour le frittage sous argon pourrait s'expliquer par un taux de carbone légèrement supérieur dans les éprouvettes imprimées par rapport à celles injectées.

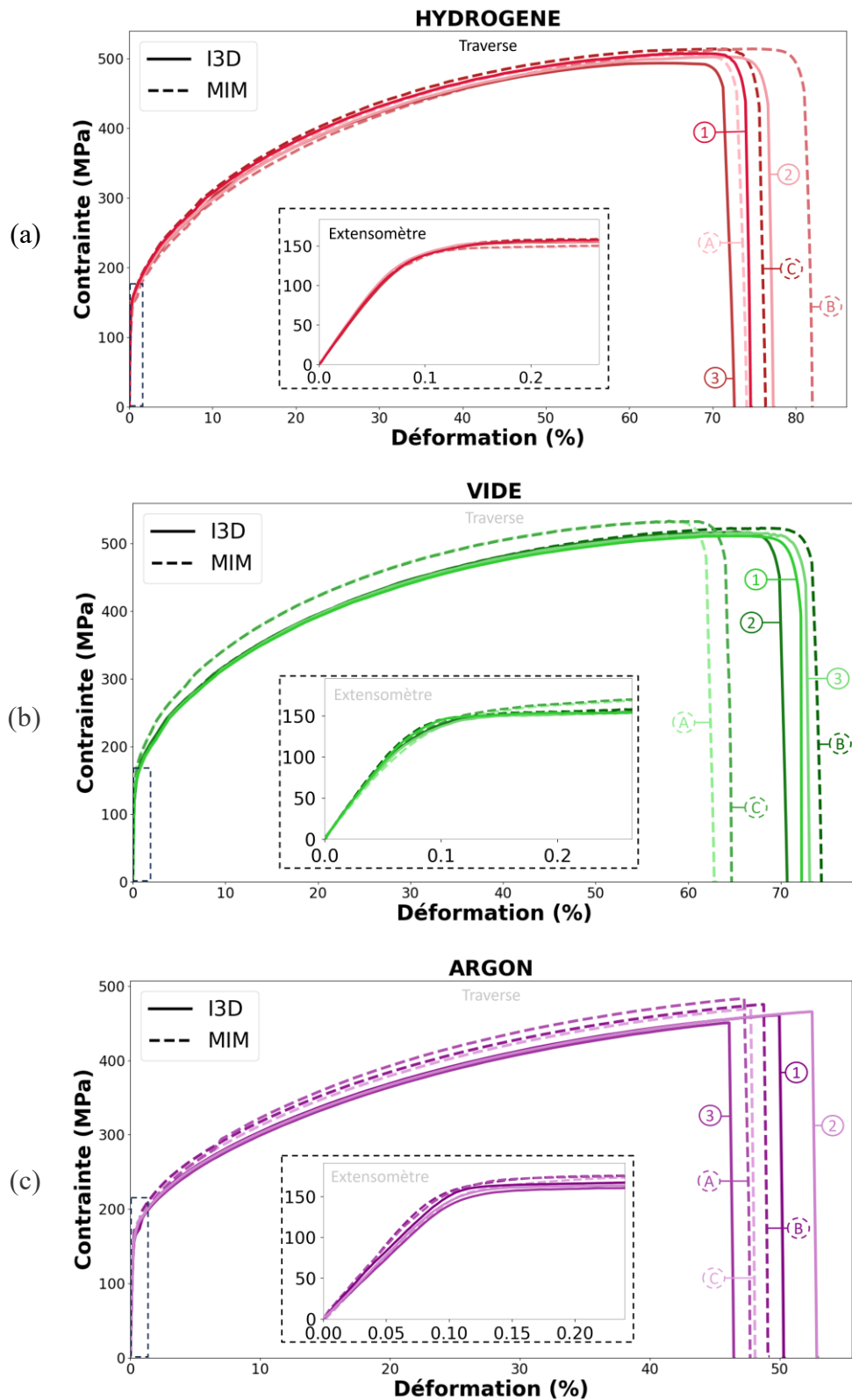


Figure 110 : Comparaison des courbes de traction entre les procédés MIM et MIM-like pour des éprouvettes frittées sous (a) hydrogène, (b) vide et (c) et argon

Pour les frittages sous hydrogène, vide et argon, le type de porosité ne semble donc pas exercer une influence majeure sur les propriétés mécaniques. En revanche, cela ne semble pas être vrai pour ceux effectués sous azote et RH5. En effet, la Figure 111 et les résultats du Tableau 22 montrent qu'il y a une

forte différence de propriétés entre les éprouvettes MIM et MIM-like. Les éprouvettes MIM-like présentent une rupture prématurée, entraînant des déformations à rupture deux fois moins élevées et des résistances à la rupture environ 10% plus faibles. La dureté accrue de ces éprouvettes exacerbe donc les défauts internes tels que les porosités anguleuses. En outre, dans le cas du MIM-like, la rupture des éprouvettes se fait parfois par déchirement. Ce phénomène est visible au niveau de la rupture de la courbe 3 du frittage sous azote (Figure 111 (a)), où la pente n'est pas verticale. On le remarque également sur les courbes 2 et 3 du frittage sous RH5 (Figure 111(b)).

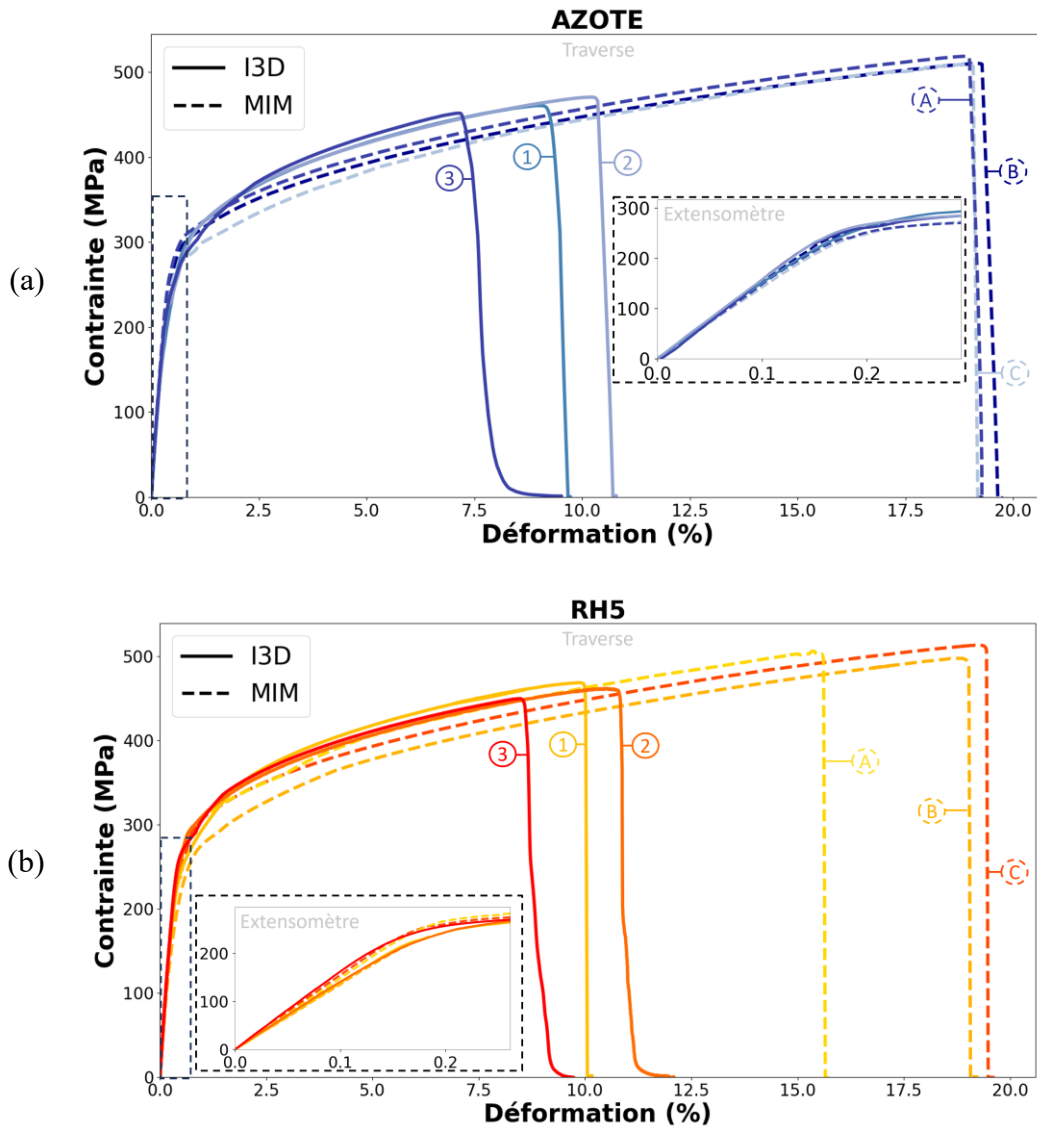


Figure 111 : Comparaison des courbes de traction entre les procédés MIM et MIM-like pour des éprouvettes frittées sous azote et RH5

Dans le cas des éprouvettes frittées sous atmosphères azotées, les limites élastiques sont plus importantes pour les éprouvettes imprimées. L'explication se trouve probablement dans le taux d'azote plus élevé dans les éprouvettes MIM-like que dans les éprouvettes MIM, comme montré dans le chapitre 2 (Figure 53), puisque la limite d'élasticité est liée linéairement à la concentration d'azote (voir Figure 106 (b)).

Enfin, concernant les modules de Young, il a été montré précédemment qu'ils dépendent linéairement de la densité, quel que soit le procédé, MIM ou MIM-like, et donc quel que soit le type de porosité (Figure 104).

IV.3.2. Endommagement

Au niveau de l'endommagement, aucune différence significative n'a été détectée entre les procédés MIM et le MIM-like sur les courbes d'évolution des modules de Young en fonction de la contrainte. La Figure 112 donne un exemple d'endommagement pour les procédés MIM pour le frittage sous vide et celui sous RH5. Comme pour le procédé MIM-like, le procédé MIM connaît un endommagement une fois la limite d'élasticité dépassée.

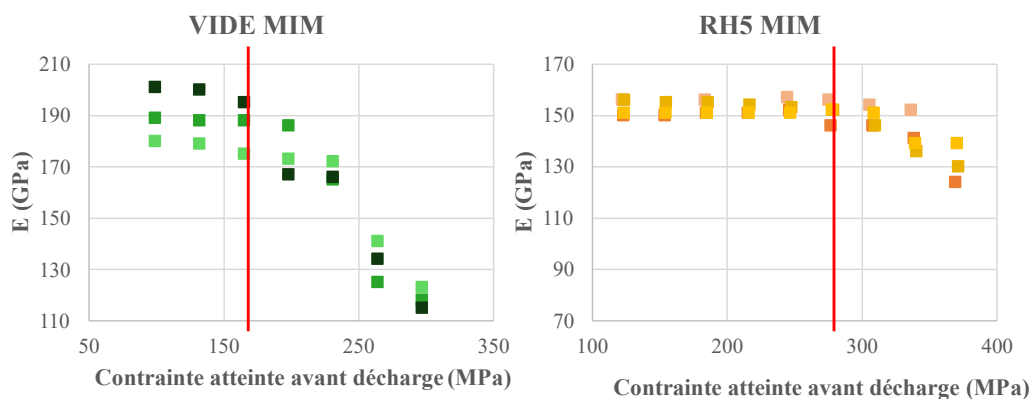


Figure 112 : Etude des modules de Young en fonction de la contrainte pour des éprouvettes MIM frittées sous vide et RH5. Le trait rouge vertical représente les $R_{p0,2}$ moyens.

IV.4. Influence de la perlite azotée

Les propriétés mécaniques en traction étudiées jusqu'à présent pour les éprouvettes frittées sous RH5 sont celles traitées selon la condition C-1. Il est donc intéressant d'étudier la différence avec la condition NC-3. Pour rappel, avec la condition C-1, les nitrures apparaissent sous forme lamellaire au sein de la perlite azotée dans l'ensemble des échantillons. En revanche, pour la condition NC-3, la perlite azotée est limitée à la surface. Bien que la forme exacte des nitrures dans le reste des échantillons frittés avec cette condition n'ait pas été directement observée, les résultats obtenus par DRX confirment leur présence. Compte tenu des différences de microstructure, il est plausible qu'ils adoptent une morphologie sphéroïdale.

La Figure 113 permet de comparer les propriétés mécaniques obtenues avec les deux conditions et les moyennes des propriétés sont données dans le Tableau 23. Il apparaît clairement que toutes les propriétés en traction sont supérieures pour la condition NC-3 par rapport à la condition C-1. Bien que cette amélioration puisse être en partie attribuée à une densité légèrement plus élevée, les résultats suggèrent que l'effet le plus significatif provient de la présence de perlite azotée, suggérant une fragilité dans ce constituant lamellaire.

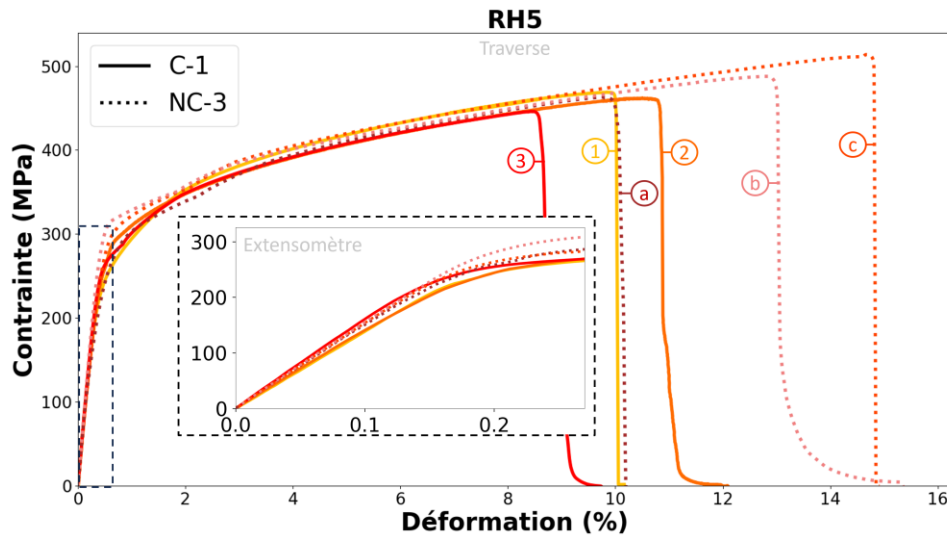


Figure 113 : Exemples de courbes de traction pour des éprouvettes frittées sous RH5 avec la condition C-1 et la condition NC-3

Pour la perlite « classique » (cémentite eutectoïde + ferrite eutectoïde), il est connu que les interfaces entre les lamelles de cémentite et de ferrite peuvent être des sites de concentration de contraintes, favorisant la formation de microfissures et la propagation des fissures sous charge de traction. En outre, les différences de propriétés mécaniques entre ces deux phases, comme le module de Young et la résistance à la rupture, engendrent des contraintes localisées aux interfaces en raison de leur réponse mécanique différente à une charge appliquée. Ces incompatibilités mécaniques sous contrainte augmentent le risque de défaillance, notamment dans des conditions où les interfaces sont sollicitées. Enfin, l'adhérence entre les lamelles peut être insuffisante pour résister aux contraintes de traction, favorisant la séparation des phases et la formation de fissures. Les études EBSD et MEB de la littérature ont montré des phénomènes tels que le glissement et l'amincissement des lamelles, ainsi que la fragmentation de la cémentite. Ces processus conduisent généralement à des mécanismes de rupture et de fissuration initiés au sein des grains de perlite [202–204]. La perlite azotée est un matériau peu étudié mais les considérations précédentes peuvent probablement s'y appliquer puisque dans les deux cas, il s'agit d'une phase très dure (carbures ou nitrures) et de ferrite alpha.

Tableau 23 : Comparaison des propriétés mécaniques entre les conditions C-1 et NC-3 pour des éprouvettes frittées sous RH5

Propriété	RH5	
	C-1	NC-3
	Perlite azotée à cœur	Perlite azotée uniquement en surface
Rm (MPa)	452 ± 14	489 ± 26
Rp0,2 (MPa)	287 ± 14	306 ± 6
A (%)	9 ± 1	12 ± 3
E (GPa)	151 ± 7	154 ± 2
Densité (g/cm³)	7,13 ± 0,03	7,23 ± 0,02

Par conséquent, dans les échantillons où les nitrures ne sont pas sous forme lamellaire mais dispersés de manière plus homogène, la distribution des contraintes est plus uniforme. Ces nitrures dispersés peuvent agir comme des barrières efficaces contre la propagation des fissures sans créer de points de concentration de contraintes élevés.

IV.5. Influence du cycle thermique

Le Tableau 24 présente les résultats des essais mécaniques, réalisés sur 4 éprouvettes imprimées, en fonction du cycle thermique de frittage et la Figure 114 donne un exemple de courbe pour chaque cycle. Pour rappel, il a été montré précédemment que l'augmentation de la température et/ou du temps pour un frittage sous vide mène à :

- Une diminution du taux de porosité,
- Une augmentation de la taille de grains d'austénite,
- Une augmentation du taux de ferrite et de phase σ .

Tableau 24 : Propriétés mécaniques, densité et taille de grains en fonction du temps et de la température de frittage

	Densité (g/cm ³)	E (GPa)	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A (%)	Taille de grains (µm)	Taux de ferrite + phase σ (%)
2h - 1360°C	7,90 ± 0,01	187 ± 3	157 ± 1	516 ± 3	71 ± 1	40 ± 13	1,5
4h - 1360°C	7,94 ± 0,01	184 ± 3	158 ± 4	514 ± 3	68 ± 1	46 ± 15	2,5
2h - 1380°C	7,94 ± 0,01	185 ± 4	158 ± 1	510 ± 6	68 ± 1	41 ± 14	2,5
4h - 1380°C	7,96 ± 0,01	185 ± 4	154 ± 2	517 ± 2	68 ± 1	54 ± 15	3,8

Les résultats indiquent que les valeurs des paramètres choisis n'ont qu'une influence mineure sur les propriétés mécaniques. Il semblerait donc que l'effet bénéfique de l'augmentation de la densité soit compensé par la croissance des grains et/ou l'augmentation du taux de ferrite.

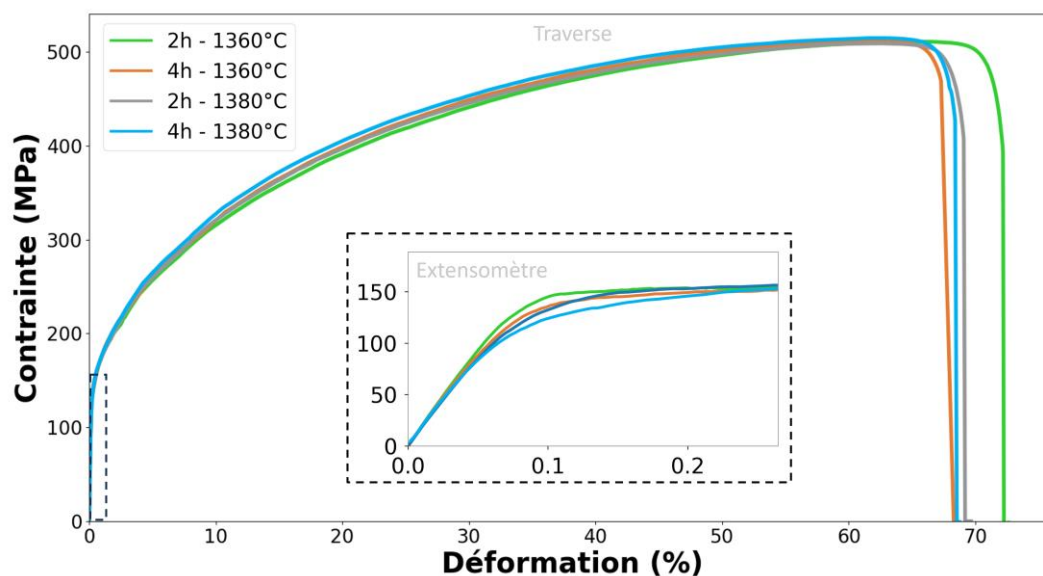


Figure 114 : Exemple de courbes de traction en fonction du temps et de la température de frittage

D'après Muterle *et al.* [109], qui ont étudié l'influence du taux de ferrite sur les propriétés mécaniques de pièces injectées en AISI 316L, la ferrite devrait augmenter la résistance et entraîner une diminution de la ductilité. Toutefois, dans notre étude, une forte présence de phase sigma, connue pour détériorer les propriétés mécaniques, est présente dans les grains de ferrite. L'augmentation du taux de ferrite et, par conséquent, du taux de phase sigma pourrait donc contribuer à la stagnation des propriétés mécaniques.

V. Influence des conditions de frittage sur la résistance à la corrosion

La résistance à la corrosion est un des critères fondamentaux à respecter lorsque l'on choisit un AISI 316L car il est reconnu pour sa résistance en environnements marins ou industriels agressifs. Dans la littérature scientifique, diverses méthodes sont employées pour tester la résistance à la corrosion, notamment les tests d'immersion dans lequel l'échantillon est immergé dans une solution corrosive spécifique (comme des acides, des bases, ou des solutions salines) pendant une période déterminée [143]. Des tests électrochimiques, qui consistent à mesurer le courant électrique en fonction du potentiel appliqué à un matériau immergé dans une solution électrolytique, sont également réalisés. Le matériau est soumis à une variation de potentiel pour observer la réponse électrochimique [142]. Cela permet d'identifier les potentiels de corrosion, les vitesses de corrosion, et les potentiels de passivation (où une couche protectrice se forme). En complément, des tests de corrosion sous contrainte peuvent être effectués pour évaluer la susceptibilité du matériau à la fissuration causée par l'interaction combinée de la corrosion et des contraintes mécaniques [34].

Toutefois, en raison des contraintes de temps, des essais de corrosion accélérée en brouillard salin ont été réalisés. Ce type d'essai est l'un des tests de corrosion les plus répandus dans l'industrie et est parfois utilisé en recherche [205–207]. Bien que ces tests ne permettent pas une évaluation exhaustive des mécanismes de corrosion, ils fournissent néanmoins une première indication de la résistance à la corrosion des matériaux étudiés. Ils permettent ainsi de dégager des tendances générales.

V.1. Méthode

Le test de brouillard salin est réalisé selon la norme ISO 9227. Dans ce test, l'échantillon est exposé à une atmosphère saline (une solution de NaCl à 5%) à une température constante de 35 °C. Les échantillons sont placés sur un support non métallique avec un petit angle d'inclinaison (Figure 115). La solution saline est pompée d'un réservoir vers les buses de pulvérisation et de l'air comprimé atomise la solution de NaCl en un brouillard au niveau des buses (Figure 116). La pulvérisation est réalisée en continu afin d'obtenir un brouillard uniforme dans toute l'enceinte.



Figure 115 : Exemples d'échantillons placés dans le brouillard salin

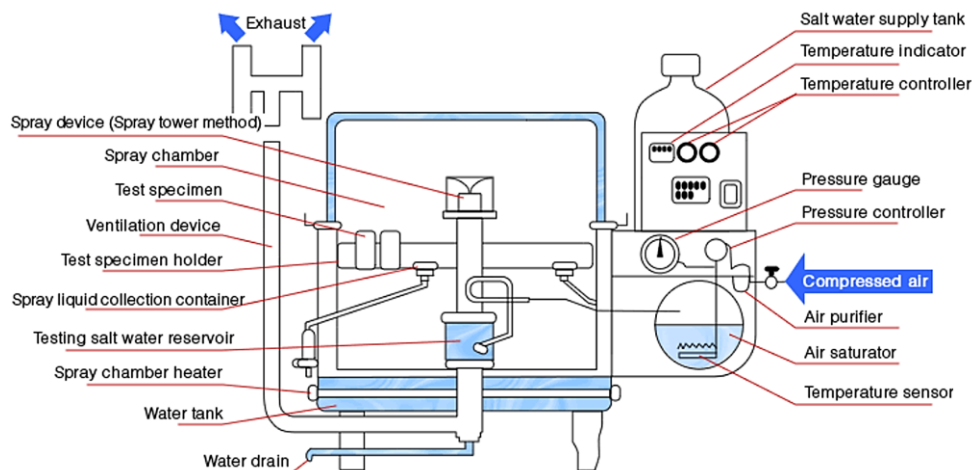


Figure 116 : Schéma illustrant le principe sur brouillard salin [208]

Pour un AISI 316L de haute qualité, une durée de résistance au test de brouillard salin de 800 heures est souvent atteinte, voire dépassée [206]. Toutefois, il est crucial de se rappeler que ce test est une méthode accélérée et ne reflète pas nécessairement la durée de vie en service réel, qui dépendra des conditions spécifiques d'exposition.

Les échantillons étudiés sont les éprouvettes de traction utilisées jusqu'à présent mais ces dernières ne seront pas soumises à des essais mécaniques. Elles ont été polies jusqu'à un grade P600, correspondant à des grains d'environ 26 μm et elles ont été mis dans le brouillard salin au moins 24h après polissage afin de s'assurer que le film de passivation se soit bien reformé. Le polissage permet de comparer les échantillons sur une base équivalente. Sans polissage, les différences de surface pourraient fausser la comparaison, rendant difficile la distinction entre les effets dus aux conditions de frittage et ceux dus à la préparation de surface.

Des relevés ont été réalisés au bout de 1h, 2h, 4h, 24h, 48h, 72h, 144h, 192h, 244h, 312h et 390h. Ces observations sont exclusivement visuelles, visant à détecter l'éventuelle apparition de rouille rouge,

principalement composée d'oxydes de fer hydratés notamment d'hydroxyde de fer (III) ($\text{FeO}(\text{OH})$) et d'oxyde de fer(III) (Fe_2O_3).

V.2. Influence de l'atmosphère de frittage

L'étude a été conduite sur trois éprouvettes pour chaque atmosphère de frittage (échantillons frittés en condition C-1), à l'exception du vide. Des difficultés techniques liées à l'équipement ont en effet limité cette partie de l'étude. Des problèmes supplémentaires concernant le maintien du vide se sont manifestés, avec le second four (four Sager), empêchant d'atteindre les conditions de vide optimales. En raison de ces complications et du manque de temps, l'analyse a été limitée aux éprouvettes disponibles, soit deux éprouvettes imprimées et frittées sous vide.

Les éprouvettes frittées sous hydrogène n'ont montré aucun signe de corrosion au bout des 390h d'essai. En revanche, les éprouvettes frittées dans les conditions C-1 sous azote, RH5, et argon ont révélé une résistance à la corrosion particulièrement insatisfaisante. En effet, des piqûres de rouille rouge ont été observées sur l'ensemble des échantillons après seulement une heure d'exposition pour les deux premières atmosphères, et au bout de deux heures pour celles frittées sous argon. De plus, l'évolution de la rouille rouge a été extrêmement rapide pour les échantillons frittés sous azote et RH5 (exemple du RH5 présenté à la Figure 117), tandis que cette progression s'est avérée moins rapide pour ceux frittés sous argon (Figure 118).

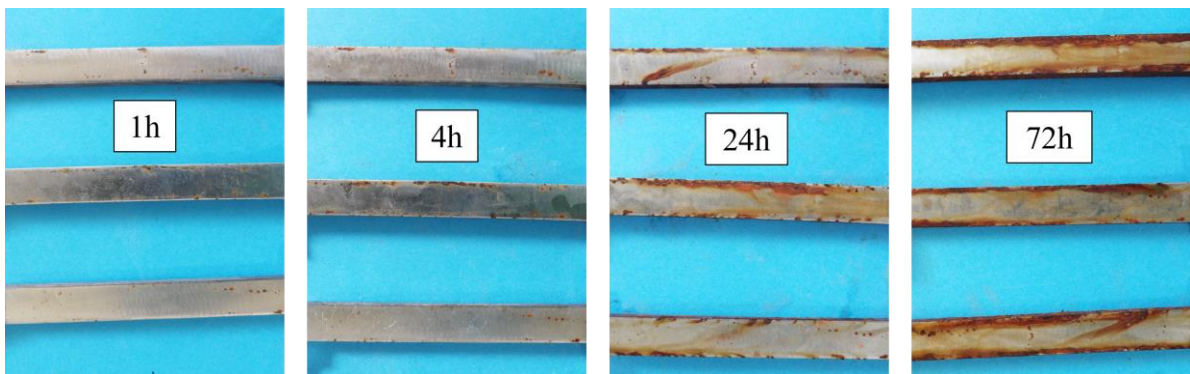


Figure 117 : Evolution de la rouille rouge sur les éprouvettes frittées sous **RH5** en condition C-1

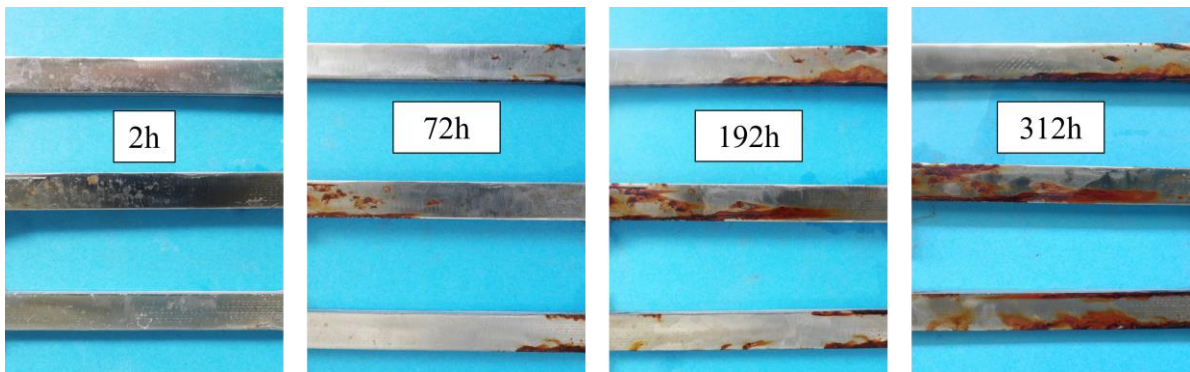


Figure 118 : Evolution de la rouille rouge sur les éprouvettes frittées sous **argon** en condition C-1

Pour les éprouvettes frittées sous vide, la première trace de rouille rouge est apparue entre 72h et 144h sur un seul échantillon. Toutefois, aucune évolution supplémentaire n'a été constatée, même après 390h. Ainsi, un des échantillons a été légèrement attaqué sans présenter de progression ultérieure, tandis que l'autre n'a montré aucun signe de corrosion (Figure 119).

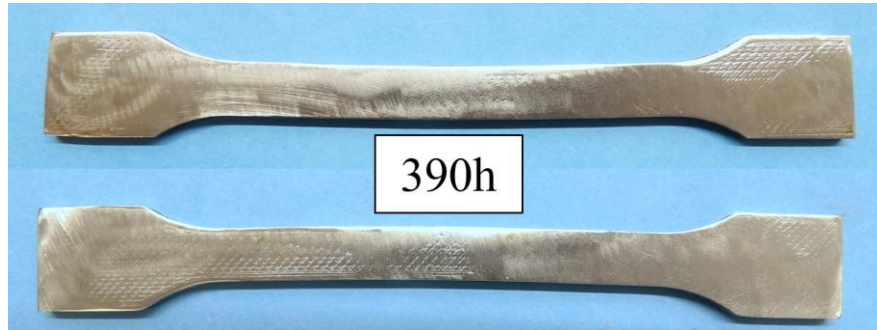


Figure 119 : Echantillons frittés sous *vide* au bout de 390h de brouillard salin

Ces essais montrent donc que le frittage sous atmosphère azotée mène à une détérioration drastique de la résistance à la corrosion, notamment à cause des nitrures de chrome et, dans une moindre mesure, des carbures, qui ont diminué la quantité de chrome disponible pour former la couche de passivation. De même, la corrosion des échantillons des éprouvettes frittées sous argon est dégradée à cause du taux de carbone trop important dans ces échantillons. Par ailleurs, dans les deux cas, la présence des nombreuses porosités a probablement contribué à une dégradation supplémentaire des propriétés.

En revanche, la différence entre les éprouvettes frittées sous vide et sous hydrogène est plus difficile à expliquer car les échantillons sont très similaires (même densité, même microstructure, même taux de carbone et d'azote). Cette différence pourrait provenir d'une qualité de surface différente entre les deux frittages. En effet, dans le cas du frittage sous hydrogène, les éprouvettes sont argentées et très brillantes alors que les éprouvettes frittées sous vide sont plus mates et de couleur rouge/brune (Figure 120).

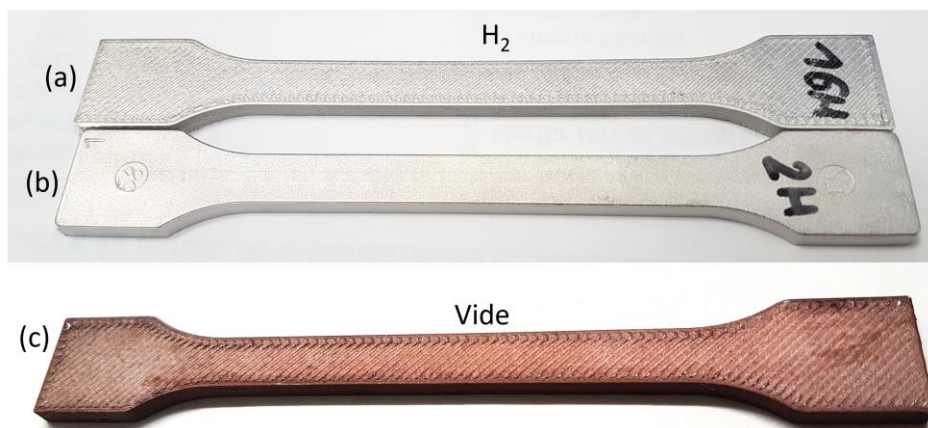


Figure 120 : Différence dans l'aspect de surface entre le frittage sous hydrogène (a-b) et sous vide (c) après frittage. Les éprouvettes (a) et (c) sont imprimées et la (b) est injectée.

Afin de comprendre la différence de surface entre les deux atmosphères, des analyses en GDEOS ont été réalisées. La GDEOS (*Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy*) est une technique d'analyse

de surface utilisée pour déterminer la composition élémentaire des matériaux. Le principe repose sur l'utilisation d'une décharge lumineuse (*glow discharge*) pour ablater progressivement la surface du matériau. Les atomes libérés lors de ce processus sont excités par la décharge, émettant une lumière caractéristique pour chaque élément. Cette lumière est ensuite analysée par spectroscopie d'émission optique, permettant de quantifier les éléments présents et d'obtenir un profil de concentration en fonction de la profondeur. La Figure 121 illustre les résultats d'un essai pour une éprouvette frittée sous vide (non polie). L'axe des ordonnées représente l'intensité du signal de l'émission optique pour chaque élément détecté et est généralement proportionnelle à la concentration de l'élément dans la couche analysée.

Le résultat de l'analyse semble montrer que la couche superficielle brune de l'échantillon fritté sous vide est un oxyde de fer puisqu'elle est majoritairement composée de fer et d'oxygène. En conséquence, la résistance à la corrosion du matériau peut être significativement réduite, car les oxydes de fer sont moins protecteurs et plus susceptibles de se décomposer, laissant le matériau vulnérable à la corrosion. Bien que les échantillons aient été polis pour les essais de brouillard salin et que la couche d'oxyde ne mesure que quelques dizaines de microns, il est possible qu'il reste quelques oxydes, notamment dans les sillons. En effet, le polissage n'a pas permis de rendre l'éprouvette parfaitement plane et il reste quelques creux dus à l'impression (visibles sur la Figure 119).

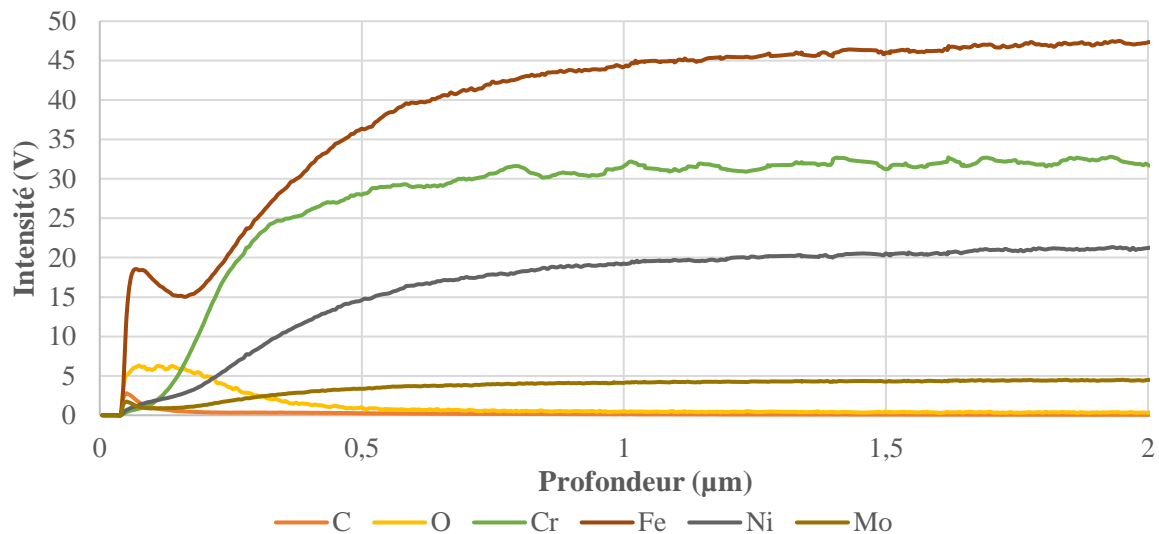


Figure 121 : Courbes issues d'une analyse en GDEOS sur une éprouvette frittée sous vide

Il est toutefois nécessaire d'étudier un plus grand nombre d'échantillons et, si possible, de réaliser des tests de corrosion plus détaillés afin de mieux comprendre l'origine de la corrosion observée sur les éprouvettes frittées sous vide. De plus, il serait pertinent de prolonger les essais pour les frittages sous vide et sous hydrogène afin de tirer des conclusions plus robustes et fiables.

V.3. Influence du cycle thermique

En raison des problématiques précédemment évoquées, la résistance à la corrosion des échantillons frittés avec différents temps et températures n'a pas pu être étudiée. Toutefois, un essai a pu être réalisé

sur des échantillons ayant été frittés avec la méthode du découplage déliantage/frittage. Les échantillons étudiés ici sont des échantillons déliantés et pré-frittés sous argon, puis frittés sous argon dans un second temps, avec un palier d'austénitisation. Pour rappel, ces échantillons présentent un taux de carbone d'environ 0,04%, donc supérieur à la norme mais inférieur aux échantillons frittés sous argon avec la condition C-1 (0,06%). De plus, ces échantillons ne présentent plus de ferrite. Enfin, la densité de ces échantillons est d'environ 7,4 g/cm³ donc supérieure à la densité des échantillons C-1 sous argon mais bien inférieure à la densité des échantillons frittés sous vide et hydrogène.

Pour les deux échantillons testés, des traces de rouille rouge sont apparues entre 48h et 72h de brouillard salin, mais sur la tranche supérieure des échantillons, donc là où le liquide peut stagner. Cette rouille rouge s'est ensuite répandue sur le devant de l'éprouvette mais l'évolution a été relativement lente puisqu'il y a peu de différences entre les clichés à 144h et 390h (Figure 122).

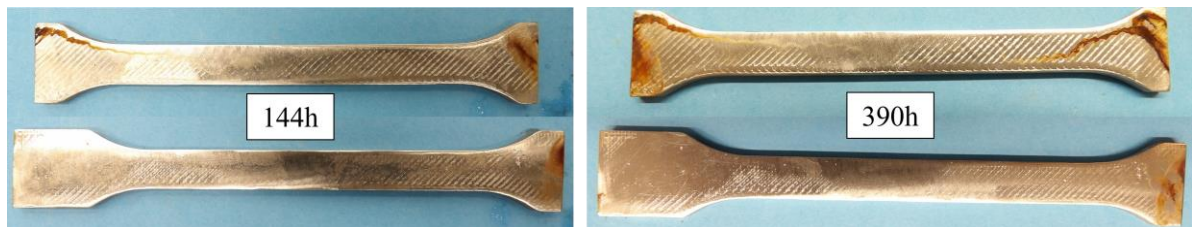


Figure 122 : Evolution de la rouille rouge entre 144h et 390h de brouillard salin pour des éprouvettes frittées avec la méthode de découplage déliantage/frittage et un palier d'austénitisation

Cette amélioration est probablement attribuable à une teneur en carbone et un taux de porosité inférieurs, plutôt qu'à la disparition de la ferrite. En effet, les échantillons frittés sous hydrogène, bien qu'ils contiennent de la ferrite, ont résisté à plus de 390 heures de corrosion.

Ces essais, bien que très préliminaires, sont encourageants puisqu'ils montrent qu'il est possible d'augmenter la résistance à la corrosion.

V.4. Influence du procédé

Afin de comparer l'influence du procédé sur la résistance à la corrosion, des tests de brouillard salin ont également été réalisés sur 3 éprouvettes MIM pour chaque atmosphère de frittage.

Les éprouvettes produites par MIM et frittées sous hydrogène et sous vide n'ont présenté aucune trace de rouille après 390 heures d'essai. Dans le cas du frittage sous hydrogène, ce résultat n'est pas surprenant, étant donné que les éprouvettes imprimées n'avaient pas non plus été attaquées. Dans le cas du frittage sous vide, l'hypothèse du polissage reste plausible puisque les éprouvettes injectées et polies ne présentent pas de sillons.

Concernant les échantillons frittés sous azote, RH5 et argon, aucune différence significative n'a été observée entre le MIM et le MIM-like. Dans les deux cas, les échantillons ont montré des signes de corrosion localisée dès les premières heures et la rouille a progressé rapidement.

VI. Synthèse

Ce chapitre a permis d'examiner en détail l'influence des différentes conditions de frittage sur les densités et les propriétés mécaniques et succinctement sur la résistance à la corrosion des éprouvettes.

Une dureté macroscopique similaire a été observée entre les échantillons frittés sous hydrogène, vide, RH5 et azote, bien que la dureté microscopique soit nettement supérieure pour l'azote et le RH5. Cette diminution importante de la dureté macroscopique est attribuable à un taux de porosité élevé. De même, la dureté macroscopique des échantillons frittés sous argon chute en raison de la présence de porosités, mais reste inférieure à celle des échantillons frittés sous RH5 et azote, car elle n'est pas renforcée par l'azote, ni en solution solide ni sous forme de nitrures.

Les essais de traction ont révélé que le frittage industriel sous hydrogène et le frittage sous vide en conditions dégradées (four de laboratoire économique) ont donné des résultats identiques pour toutes les propriétés mécaniques. Cependant, la résistance à la corrosion des éprouvettes frittées sous vide s'est avérée moins satisfaisante, bien que des essais de corrosion plus approfondis soient nécessaires pour confirmer ces premières observations.

Les frittages sous azote et RH5 offrent des propriétés mécaniques comparables entre ces deux atmosphères en condition C-1, avec une très haute limite d'élasticité, ce qui est intéressant pour les applications d'ingénierie. Cependant, les changements microstructuraux induits par l'azote ont conduit à une forte dégradation de la ductilité et de la résistance à la corrosion. L'ajout d'hydrogène dans le mélange RH5 n'apporte aucun avantage supplémentaire pour cette condition. Toutefois, il permet d'éviter la formation d'oxydes en surface lors du frittage en condition NC-3, condition qui permet d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques.

Enfin, les échantillons frittés sous argon ont donné des propriétés intermédiaires en termes d'allongement rupture et de limite d'élasticité et présente également une mauvaise résistance à la corrosion, attribuable à un enrichissement en carbone causé par une méthode de confinement.

Les variations de température et de temps de frittage sous vide n'ont montré aucune influence significative sur les propriétés mécaniques malgré une augmentation de la densité, ce qui suggère que l'augmentation de ces paramètres n'est pas nécessaire. Cependant, il serait utile d'examiner ces variables plus en détail pour évaluer leur impact potentiel sur la résistance à la corrosion, notamment pour déterminer si une réduction de la porosité pourrait apporter des améliorations dans ce domaine.

Les propriétés mécaniques des échantillons MIM-like frittés sous hydrogène et vide respectent les valeurs minimales exigées par les normes applicables au MIM et sont comparables aux résultats trouvés dans la littérature pour le FFFm. Pour ces deux conditions de frittage, les échantillons MIM-like ont présenté des propriétés mécaniques inférieures, bien que proches, de ceux produits par MIM. Toutefois, il est important de noter que les paramètres d'impression n'ont pas été optimisés. Il est donc probable

que les propriétés mécaniques des pièces MIM-like puissent être améliorées en ajustant certains paramètres, tels que la hauteur de couche et le débit.

Dans le chapitre suivant sera étudiée l'influence des paramètres d'impression sur les propriétés mécaniques globales sur un essai présentant un gradient de contraintes. Cependant, cette étude se concentrera sur des échantillons avec un taux de remplissage inférieur à 100%, plutôt que sur des éprouvettes totalement denses. En effet, d'une part, de nombreuses études ont déjà été menées sur les pièces denses, et d'autre part, l'intérêt de l'impression 3D réside dans la possibilité de concevoir des structures allégées en produisant des pièces complexes, creuses ou partiellement creuses.

Chapitre 4 : Influence des paramètres du procédé à l'échelle de la structure

Le dimensionnement de pièces allégées est complexe car il doit prendre en compte plusieurs paramètres tels que la géométrie, la masse, et les performances mécaniques exigées. Dans le cadre de la FAM, plusieurs questions peuvent se poser et notamment celle du choix du motif de remplissage. Il est également pertinent de se demander s'il est plus avantageux, à masse équivalente, d'opter pour un remplissage interne dense avec une seule paroi²⁰ fine, ou, au contraire, de privilégier plusieurs parois associées à une densité de remplissage plus faible. Ce chapitre se propose ainsi d'explorer ces enjeux pour tenter d'offrir des réponses aux problématiques de dimensionnement, dans le but de concevoir des pièces à la fois légères et performantes du point de vue mécanique. Cette approche permettrait de pouvoir exploiter pleinement la vaste banque de pièces existantes sans nécessiter une reconception complète pour les adapter aux spécificités de la fabrication additive, en se concentrant uniquement sur l'optimisation des stratégies de remplissage.

Les structures étant généralement sollicitées selon différents modes, avec des gradients de sollicitations variables, il a été choisi de réaliser des essais de flexion en raison des nombreux avantages qu'ils présentent. En premier lieu, la flexion permet d'analyser simultanément les phénomènes de compression et de traction au sein du même échantillon. Par ailleurs, contrairement aux essais de traction ou de compression où les propriétés mesurées dépendent principalement de la section transversale globale du matériau, la résistance à la flexion prend en compte la répartition de la matière dans la poutre, ce qui offre une analyse plus détaillée des caractéristiques structurelles. Enfin, les essais de flexion sont rapides à mettre en œuvre, car ils ne nécessitent ni l'utilisation de mors de serrage, ni l'installation d'un extensomètre sur chaque éprouvette, simplifiant ainsi considérablement le processus expérimental. Enfin, l'analyse des essais a été affinée par l'utilisation de la corrélation d'images numériques (CIN), qui permet une analyse plus complète du comportement mécanique, en apportant des informations supplémentaires par rapport aux seules courbes force-déplacement.

I. État de l'art

Un large choix de paramètres est disponible pour produire des pièces de structure. La Figure 123 présente de manière non exhaustive ces différents paramètres. Parmi ceux-ci, le motif et la densité de remplissage sont particulièrement étudiés dans la littérature consacrée aux procédés d'impression des polymères.

²⁰ La paroi désigne l'enveloppe extérieure d'une pièce imprimée. Dans la littérature, elle est également appelée « mur », « périmètre » ou « couvercle » lorsque celle-ci est imprimée au-dessus ou en dessous du remplissage. Les termes spécifiques utilisés dans cette thèse seront définis ultérieurement.

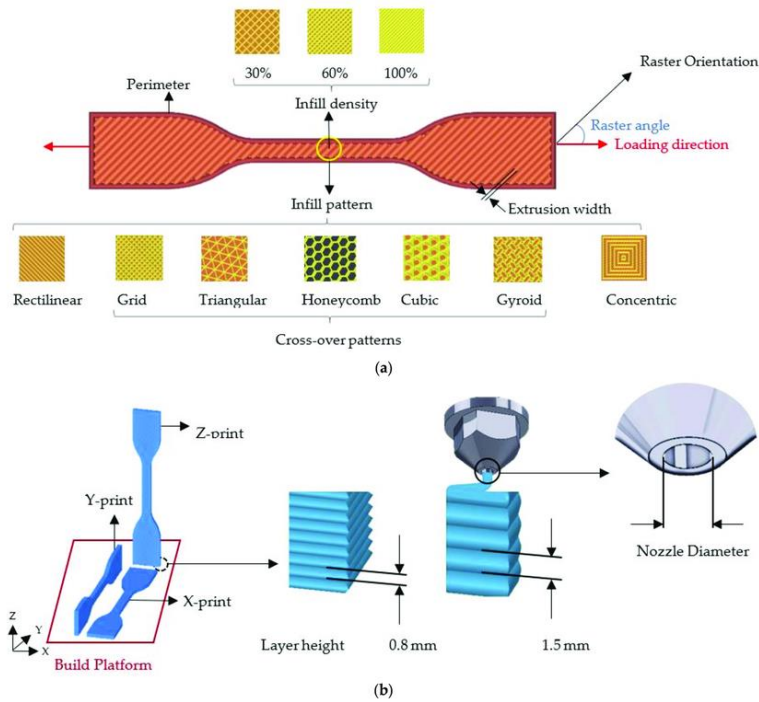


Figure 123 : Illustration schématique des paramètres d'impression 3D : (a) densité de remplissage, motif de remplissage, périmètres et orientation de la trame, et (b) différentes orientations de construction, hauteur de couche et diamètre de buse [209]

I.1. Caractérisation de structures treillis par analyse expérimentale

I.1.1. Polymère

Toutes les études menées sur des éprouvettes en polymères (majoritairement PLA et ABS) mettent en évidence que la résistance à la traction, à la compression et à la flexion augmente avec l'augmentation du taux de remplissage [210–220]. Par exemple, dans l'étude de Fernandez-Vicente *et al.* [210], pour les motifs « linéaire », « rectilinéaire » et « nid d'abeilles », les résistances à la traction des pièces remplies à 100% ont augmenté respectivement de 123%, 133% et 118% par rapport à celles remplies à 20%. De même, elles ont augmenté respectivement de 77%, 85% et 66% par rapport aux pièces remplies à 50%. En outre, les résultats obtenus montrent que l'influence des différents motifs d'impression entraîne une variation de moins de 5% de la résistance maximale à la traction. Ces résultats mettent donc en évidence que la densité de remplissage est le facteur principal qui influe sur la résistance de la structure.

I.1.2. Métal

Les technologies PBF permettent de produire divers types de structures en treillis, dont des exemples sont données en Figure 124. Toutefois, l'intégration de ces structures provoque une réduction notable des propriétés mécaniques. Selon Gibson *et al.* [221], cette détérioration suit l'équation d'une loi d'échelle exprimée par l'équation suivante :

$$\Phi_{lattice} = \Phi_{dense} \cdot C \cdot (\rho_{relative})^n \quad (\text{Équation 13})$$

Où :

Φ_{lattice} et Φ_{dense} sont les valeurs d'une propriété mécanique avec une structure en treillis et une structure dense correspondantes,

ρ_{relative} est la densité relative de l'objet qui prend en compte la densité de remplissage,

C et n sont des variables influencées par la géométrie interne sélectionnée.

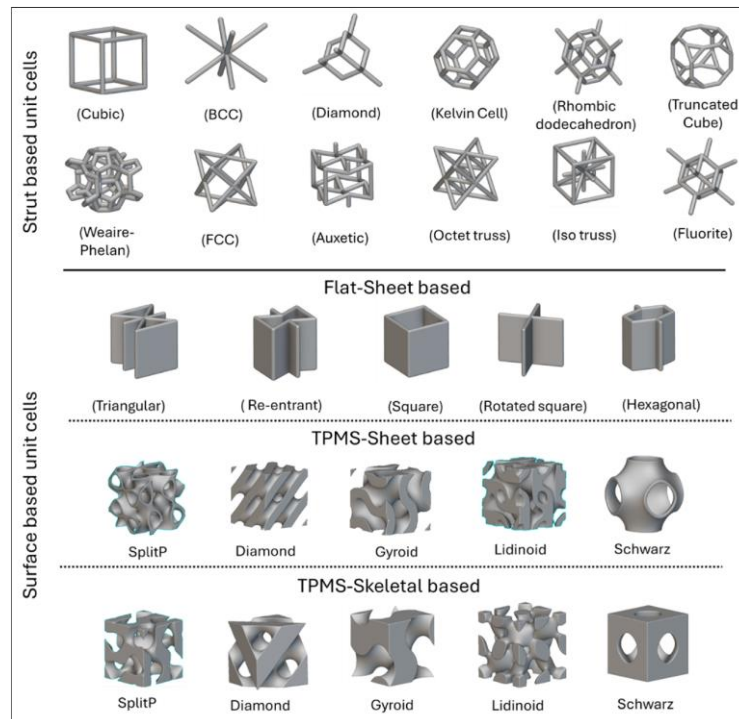


Figure 124 : Exemples de cellules unitaires utilisées en FAM dans les structures en treillis [222]

Les études sur les procédés PBF suggèrent qu'une densité relative plus élevée est associée à une limite d'élasticité augmentée et à une plus grande absorption d'énergie [223]. Par ailleurs, dans les essais de compression, les modifications de la densité relative et de la structure des treillis influencent la transition entre des modes de déformation dominés par la flexion ou l'étirement [224, 225]. Il a notamment été démontré que, dans le cadre d'essais quasi-statiques et dynamiques, les structures en treillis à forte densité relative sont dominées par l'étirement, tandis que celles à faible densité relative sont dominées par la flexion. D'après Köhnen *et al.* [224], lorsque le comportement mécanique est dominé par la flexion, la courbe présente un plateau dans le domaine plastique, comme présenté en Figure 125. Il est intéressant de noter également que lorsque la force augmente dans la partie finale, cela est attribué à de la compaction (zone III dans la Figure 125).

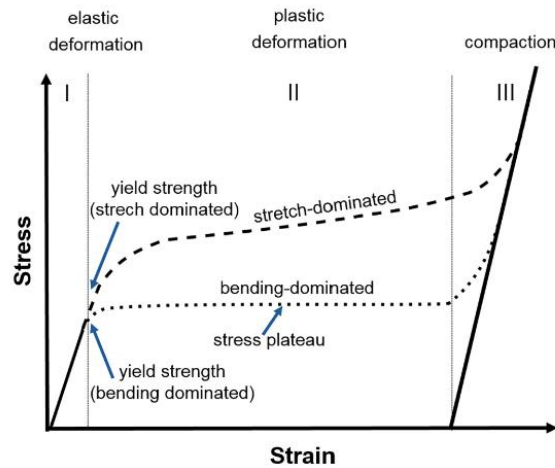


Figure 125 : Courbes schématiques de contrainte et de déformation en compression d'une structure en treillis dominée par la flexion et d'une structure en treillis dominée par l'étirement [224]

Bien que les études sur les structures en treillis des pièces fabriquées par PBF soient relativement nombreuses, la littérature concernant celles produites par les procédés MEAM reste limitée. Cette lacune s'explique en grande partie par la complexité de l'impression car les pièces nécessitent souvent des supports pour éviter les défauts d'affaissement. Seules quelques études récentes ont été publiées et sont répertoriées dans le Tableau 25.

Tableau 25 : Articles ayant étudié les paramètres structuraux en MEAM

Source	Matériaux	Procédé	Paramètres			Type de test mécanique
			Motif de remplissage	Nombre de parois	Densité de remplissage (%)	
[226]	Cuivre	FFFm	Nid d'abeille, Rectilinéaire	2	25, 50, 75, 100	Flexion 3 points
[227]	Acier 17-4 PH et cuivre	FFFm	Triangulaire	4	40, 100	Traction
[228]	Acier 17-4 PH	MIM-like	Grille	-	0, 20, 40, 60, 80, 100	Compression
[229]	Acier 17-4 PH	Piston	Triangulaire	1	16, 20, 24, 100	Traction,
[230, 231]	Acier 17-4 PH	FFFm	BCC, FCC et combinaison (Figure 127)	-	-	Compression
[77]	Acier 316L	FFFm	Linéaire	1	25, 50, 75, 100, 125	Compression
[75]	Acier 316L	FFFm	Nid d'abeille	4	25, 50, 75, 100	Traction et flexion
[223]	Acier 316L	FFFm	Treillis octogonal (<i>Octet Truss</i>)	-	-	Compression
[232]	Acier 316L	FFFm	Plate-lattice	-	-	Compression

Les structures les plus simples à imprimer sont celles constituées de cellules bidimensionnelles (de type "Flat-sheet" dans la Figure 124). Dans l'ensemble des études portant sur des pièces avec ce type de cellules, indiquées en marron dans le Tableau 25, on observe qu'une augmentation du taux de remplissage entraîne une amélioration des propriétés mécaniques (limite d'élasticité, module de Young

effectif et résistance à la rupture) en compression, traction ou flexion. Une seule étude, celle de Rosnitschek *et al.* [75], dévie de cette tendance. Les taux de remplissage intermédiaires (50% et 75%) y ont donné les meilleures performances en termes de module de Young et de résistance à la traction, tandis que les taux faibles (25%) et élevés (100%) ont présenté des performances inférieures, accompagnées d'une grande variabilité dans les résultats. Les auteurs attribuent ces écarts à des défauts géométriques internes et à des erreurs de mesure.

Par ailleurs, Gonzalez-Gutierrez *et al.* [226] ont montré que l'ajout d'un couvercle (ou paroi) à des structures treillis en nid d'abeilles (Figure 126 (a)) et rectilinéaires, avec un chargement appliqué selon l'axe z, améliore significativement la résistance et le module en flexion (Figure 126 (b)), en particulier pour les faibles taux de remplissage. Toutefois, pour des taux de remplissage élevés (75%), l'ajout d'un couvercle n'apporte pas de bénéfices significatifs.

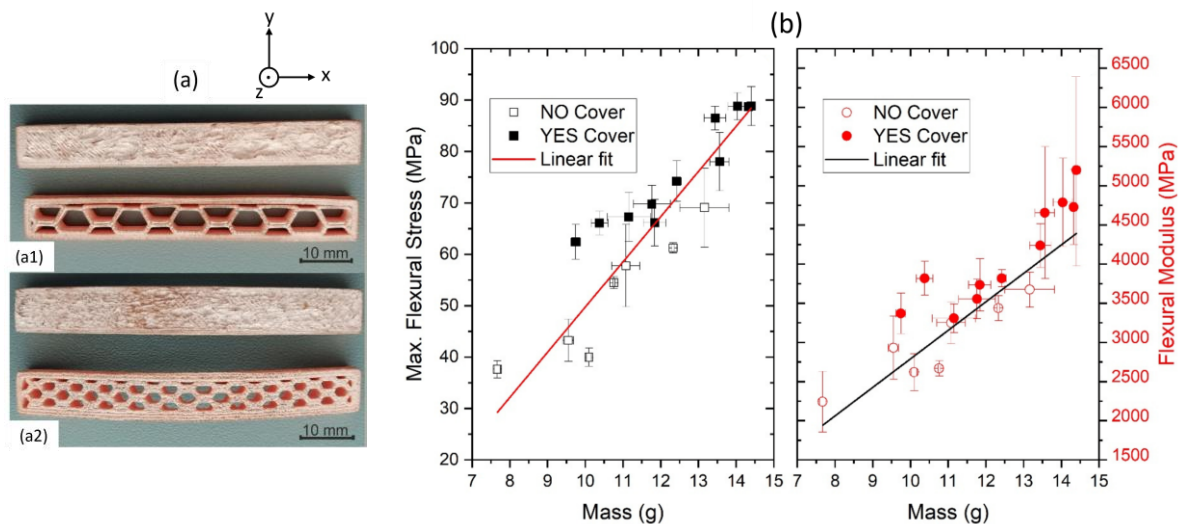


Figure 126 : (a) Échantillons frittés avec et sans couvercle et différents taux de remplissage (a1) 25 % (a2) 50 % ; (b) Contrainte de flexion maximale et module de flexion en fonction de la masse de l'échantillon pour les échantillons de cuivre avec et sans couvercle ; dans l'étude de Gonzalez-Gutierrez *et al.* [226]

Des structures en treillis 3D, plus complexes, peuvent également être fabriquées par les procédés MEAM mais sont plus difficile à imprimer car elles présentent un fort risque d'affaissement [223]. Concernant les motifs BCC, FCC et BCC-FCC (Figure 127 (a) – (c)), il a été rapporté que le module de compression des pièces en treillis augmente avec la densité relative [230], comme pour les pièces produites par PBF. La structure en treillis FCC se distingue par la limite d'élasticité la plus élevée en compression, tandis que les structures FCC et BCC-FCC présentent une ductilité supérieure à celle de la structure BCC (Figure 127 (e)). De plus, il a été observé que les pièces en treillis subissent une grande déformation plastique sans fracture lors des essais de compression [232].

Enfin, Parsompech *et al.* [223] ont montré, pour les treillis octogonaux, que les propriétés de compression, telles que la limite d'élasticité, le module de Young et l'absorption d'énergie, augmentent avec la densité relative grâce à une meilleure capacité de charge. Comme pour les pièces fabriquées par

PBF, les auteurs ont montré que le comportement de déformation est principalement dominé par de la traction pour les faibles densités relatives, et par la flexion pour les densités plus élevées.

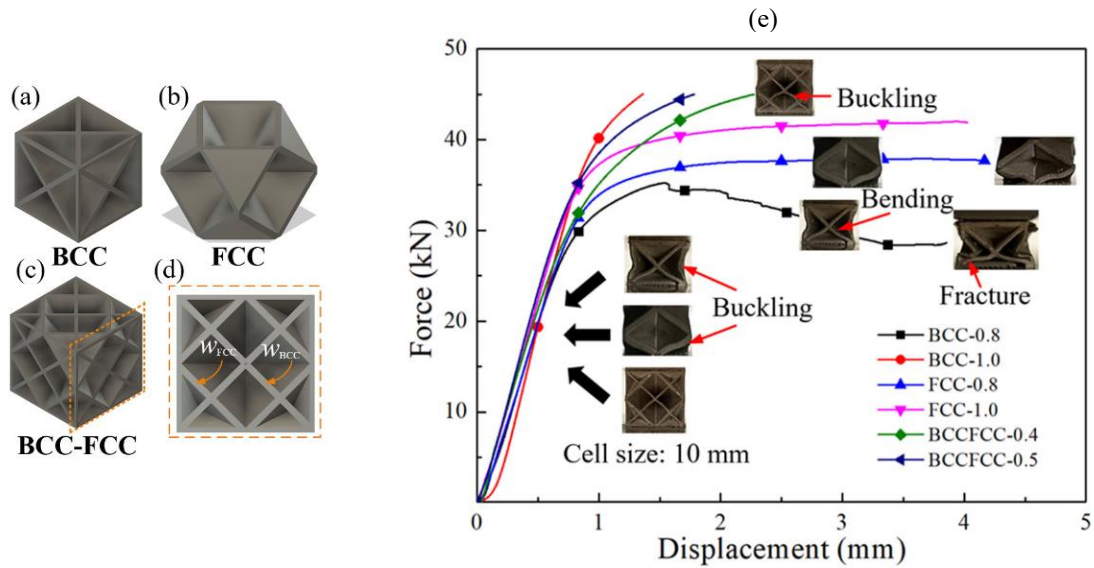


Figure 127 : Conception de structures à réseau en plaques comprenant (a) BCC, (b) FCC, (c) BCC-FCC, et (d) vue latérale de BCC-FCC ; Courbes charge-déplacement des treillis de plaques soumis à un essai de compression et morphologies des ruptures de chaque modèle de treillis [230]

I.2. Étude de structures par corrélation d'images numériques

Plusieurs études se sont concentrées sur la caractérisation du comportement mécanique par corrélation d'images numériques (CIN) via des essais de flexion de poutres en différents matériaux : ciment [233–235], polymères [236] ou encore des matériaux alimentaires à base de pois [237].

Concernant les matériaux métalliques, Henry *et al.* [238] ont utilisé la CIN pour analyser des essais de traction, de flexion et de cisaillement, sur des pièces pleines fabriquées en acier 17-4 PH par FFFm. Lors des essais de flexion, ils ont montré que la distribution des déformations dans l'épaisseur est linéaire mais asymétrique (Figure 128), avec la présence d'une fibre neutre au centre de gravité de l'éprouvette.

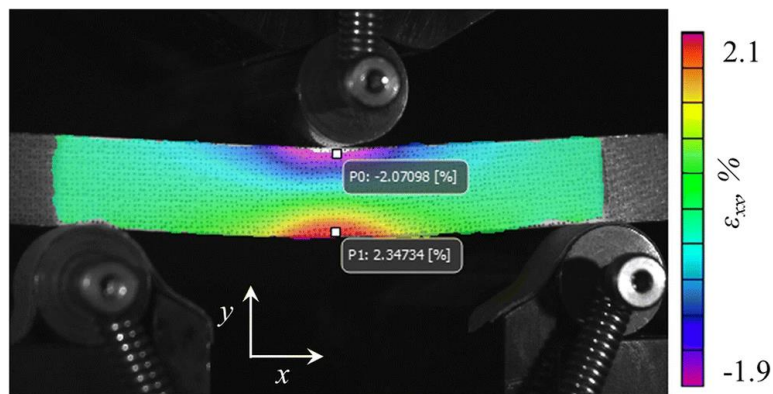


Figure 128 : Distribution des déformations dans une poutre pleine en 17-4 PH produite par FFFm [238]

En outre, Brenne *et al.* [239] ont étudié le comportement mécanique en compression et en flexion 4 points de structures cellulaires (motif grille) produites en Ti-6Al-4V par L-PBF. Les déformations

locales, déterminées par CIN, révèlent des faiblesses structurelles dès les faibles niveaux de déformation. Les résultats montrent en effet que des déformations importantes sont présentes à proximité des appuis (Figure 129). De manière générale, les contraintes de cisaillement sont particulièrement élevées dans cette zone. Comme observé sous chargement uniaxial, les poutrelles²¹ se révèlent très sensibles aux contraintes de cisaillement, qui jouent un rôle prédominant dans la rupture des échantillons soumis à une charge en flexion.

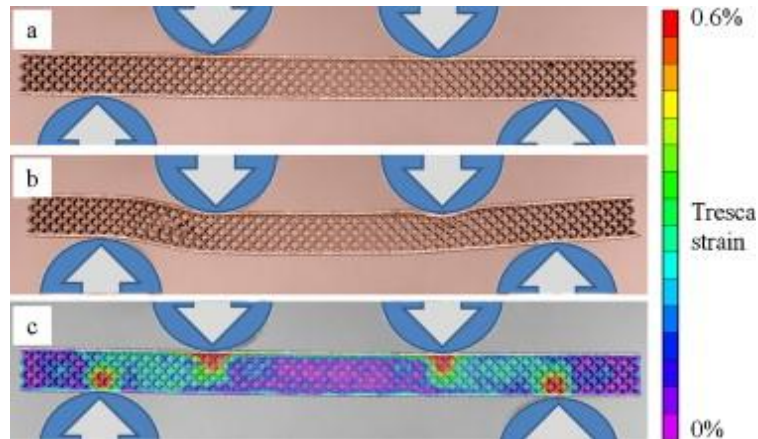


Figure 129 : Structure sandwich en Ti-6Al-4V déformée à un déplacement de 650 μm (a) et avec une rupture locale de la poutrelle à 3100 μm (b). En (c), les déformations mesurées par CIN sont superposées à l'image en (a) [239]

Cet état de l'art, bien que succinct, met en évidence, d'une part, le nombre limité d'études réalisées sur l'étude des structures treillis en MEAM et, d'autre part, montre l'efficacité de l'approche in situ pour approfondir la compréhension du comportement mécanique des structures.

II. Concepts de mécanique et principe de la corrélation d'images numériques

II.1. Principes de mécanique

II.1.1. Lois générales

II.1.1.1. Contraintes et déformations dans le domaine élastique

Dans un matériau isotrope sollicité dans les trois directions de l'espace, les contraintes et les déformations peuvent être reliées par la *loi de Hooke généralisée*, exprimée sous forme matricielle comme suit [240] :

$$\begin{bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ \sigma_z \\ \tau_{xy} \\ \tau_{yz} \\ \tau_{zx} \end{bmatrix} = \frac{E}{(1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)} \begin{bmatrix} 1 - \nu & \nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & 1 - \nu & \nu & 0 & 0 & 0 \\ \nu & \nu & 1 - \nu & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & (1 - 2\nu)/2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & (1 - 2\nu)/2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & (1 - 2\nu)/2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_x \\ \varepsilon_y \\ \varepsilon_z \\ 2\varepsilon_{xy} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{zx} \end{bmatrix}$$

(Équation 14)

²¹ Les sous-poutres composant la poutre globale

Où :

$\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$ sont les contraintes normales dans les directions x, y et z (Figure 130),

$\tau_{xy}, \tau_{yz}, \tau_{zx}$ sont les contraintes de cisaillement dans les plans correspondants (Figure 130),

$\epsilon_x, \epsilon_y, \epsilon_z$ sont les déformations normales dans les directions x, y, et z,

$\epsilon_{xy}, \epsilon_{yz}, \epsilon_{zx}$ sont les déformations de cisaillement dans les plans correspondants,

E est le module de Young,

ν est le coefficient de Poisson.

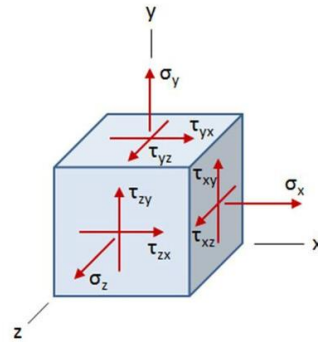


Figure 130 : Représentation des contraintes dans les trois dimensions [241]

L'hypothèse d'isotropie n'est pas valable à l'échelle de la structure. Cependant, à l'échelle du matériau, il est raisonnable de considérer que le module de Young et le coefficient de Poisson sont uniformes dans toutes les directions, bien que cette hypothèse reste une approximation importante [242, 243].

II.1.1.2. Contraintes de Von Mises

Le **critère de Von Mises**, est un critère important dans la mécanique des matériaux pour évaluer si un matériau ductile va subir une déformation plastique sous un état de contrainte multiaxial. C'est une valeur scalaire qui permet de convertir un état de contrainte tridimensionnel en une contrainte équivalente. Cela simplifie l'analyse en facilitant la comparaison de l'état de contrainte complexe avec la limite d'élasticité obtenue lors d'un essai de traction uniaxiale.

La contrainte de Von Mises (σ_{VM}) est exprimée de la façon suivante [240]:

$$\sigma_{VM} = \sqrt{\frac{1}{2} \cdot [(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2] + 3 \cdot (\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2)} \quad (\text{Équation 15})$$

On considère que le matériau entre en plasticité lorsque le critère de Von Mises est satisfait, soit lorsque $\sigma_{VM} > Re$, où Re est la limite d'élasticité du matériau. Il est important de souligner que ce critère est basé sur l'hypothèse d'un comportement incompressible, c'est-à-dire que le volume du matériau reste constant lors de la déformation plastique. Cette hypothèse peut être limitée dans le cadre de structures présentant des porosités ou des mécanismes d'endommagement. Par conséquent, dans cette étude, le critère de Von Mises est appliqué uniquement aux points matériels accessibles via l'échelle de la CIN, sans extrapolation directe à l'échelle macroscopique. Une extension du critère, intégrant explicitement l'endommagement ou les effets des porosités, serait envisageable en s'appuyant sur des approches

documentées dans la littérature, notamment celles développées par Leblond, Gurson–Tvergaard–Needleman et Rousselier [244–247].

II.1.2. Principes de la flexion

Un schéma d'un essai de flexion pour une poutre de section rectangulaire est donné en Figure 131.

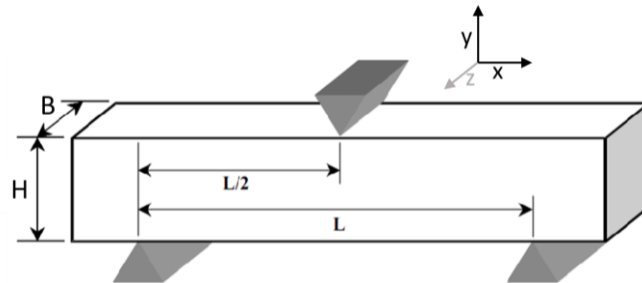


Figure 131 : Schéma d'un essai de flexion 3 points [248]

Les équations données ci-après, régissant le comportement **élastique** linéaire de la poutre sont basés entre autres sur les hypothèses suivantes :

- *L'hypothèse de Navier-Bernoulli*, qui stipule qu'au cours de la déformation élastique d'une pièce, toute section droite reste plane, identique à elle-même et normale à la fibre moyenne déformée [249].
- *L'hypothèse de Euler-Bernoulli* qui stipule que les sections droites restent planes (pas de gauchissement) (Figure 132).
- *L'hypothèse de Barré de Saint-Venant* qui stipule que les résultats ne sont valables qu'à une distance suffisamment éloignée de la région d'application des efforts intenses.

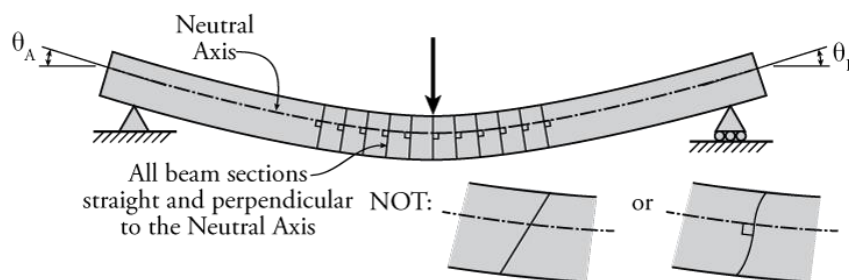


Figure 132 : Illustration de l'hypothèse de Euler-Bernoulli selon laquelle les sections planes restent planes [250]

L'hypothèse de Bernoulli permet de négliger le cisaillement dans le cas de la flexion : le risque de rupture est alors dû à l'extension des fibres situées à l'extérieur de la poutre, et la flèche est due au moment fléchissant.

II.1.2.1. Contraintes en flexion

Lorsqu'une poutre pleine subit une charge, la contrainte uniaxiale suivant la direction de la sollicitation peut être calculée en utilisant la formule suivante :

$$\sigma = \frac{M \cdot y}{I} \quad (\text{Équation 16})$$

Avec :

y la distance de la fibre neutre à la fibre extérieure (généralement la moitié de la hauteur pour une section symétrique),

I le moment quadratique

M le moment de flexion appliqué.

Le moment de flexion représente la tendance d'une force à faire plier ou courber une structure autour d'un axe donné. Il décrit comment une structure réagit sous charge, en créant une déformation ou une flexion qui dépend de la force appliquée et de la géométrie de la structure. Pour un essai de flexion 3 points, il est souvent défini par [251] :

$$M = \frac{F \cdot L}{4} \quad (\text{Équation 17})$$

Avec **F** la force appliquée et **L** la distance entre les deux appuis supports.

Finalement, l'équation 16 se réécrit :

$$\sigma = \frac{F \cdot L \cdot y}{4 \cdot I} \quad (\text{Équation 18})$$

II.1.2.2. Moment quadratique

Le **moment quadratique**, également connu sous le nom de « **moment d'inertie de section** » ou « **moment d'inertie géométrique** », est une propriété géométrique de la section transversale d'une poutre qui indique comment cette section résiste à la flexion. Il dépend de la forme et de la taille de la section transversale.

Pour une poutre de section rectangulaire, le moment quadratique est donné par :

$$I = \frac{B \cdot H^3}{12} \quad (\text{Équation 19})$$

où **B** est l'épaisseur et **H** est la largeur de la section (Figure 131).

Pour des poutres plus complexes, le *théorème de Steiner* permet de calculer le moment quadratique de sections autour d'un axe qui n'est pas leur axe de symétrie [252]. Il s'exprime de la façon suivante :

$$I_{total} = \sum_i (I_i + A_i d_i^2) \quad (\text{Équation 20})$$

Avec :

I_{total} le moment quadratique de l'ensemble de la structure.

I_i le moment quadratique local de la poutre *i* par rapport à l'axe passant par son centre de gravité.

A_i l'aire de la section de la poutre *i*.

d_i la distance entre la fibre neutre et l'axe passant par le centre de gravité de la poutre *i* (Figure 133).

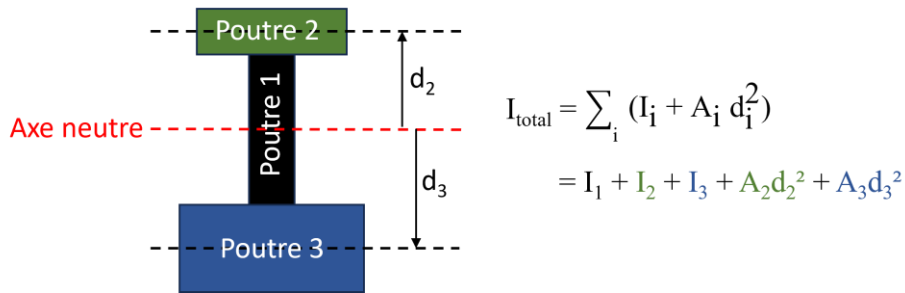


Figure 133 : Illustration du théorème de Steiner en mesurant I_{total} par rapport à l'axe neutre

II.1.2.3. Flèche

La flèche maximale (δ) d'une poutre sous une charge concentrée pour un essai de flexion 3 points peut être calculée en utilisant la formule d'Euler-Bernoulli pour les poutres [251] :

$$\delta = \frac{F \cdot L^3}{48 \cdot E \cdot I} \quad (\text{Équation 21})$$

Avec E est le module de Young du matériau.

II.1.2.4. Raideur

La raideur dans un essai de flexion représente la capacité d'une pièce à résister à la déformation lorsqu'elle est soumise à une charge. Plus précisément, elle est définie comme le rapport entre la force appliquée et la flèche correspondante. Mathématiquement, la raideur k est exprimée par la relation suivante :

$$k = \frac{F}{\delta} \quad (\text{Équation 22})$$

Ainsi, en prenant δ égale à l'équation 21, on obtient :

$$k = \frac{48 \cdot E \cdot I}{L^3} \quad (\text{Équation 23})$$

II.1.2.5. Déformation

La déformation en flexion (ϵ_f) peut être calculée à l'aide de l'équation suivante [237, 253] :

$$\epsilon_f = \frac{6 \cdot \delta \cdot H}{L^2} \quad (\text{Équation 24})$$

II.1.2.6. Distribution des déformations et des contraintes

Dans un essai de flexion, les fibres situées dans la partie supérieure de l'échantillon sont soumises à une compression, tandis que celles de la partie inférieure subissent une traction (se référer à la Figure 131 pour le sens de sollicitation). Habituellement, la transition entre ces deux états de contrainte suit un gradient linéaire passant par zéro, définissant ainsi la **fibre neutre**, qui marque la frontière entre la zone en compression et celle en traction.

Dans le cadre d'un comportement élastique linéaire de type *loi de Hooke*, les contraintes suivent une distribution linéaire le long de la hauteur de la section transversale (Figure 134 (a)). Une fois que la

poutre entre dans la phase de déformation plastique, la distribution des contraintes n'est plus linéaire et plus nécessairement proportionnelle à la déformation. Les fibres extérieures (près des surfaces) atteignent la limite de plasticité et ne peuvent plus supporter des contraintes supplémentaires au-delà de leur résistance maximale, tandis que les fibres plus proches de la fibre neutre continuent à se comporter de manière élastique jusqu'à ce qu'elles aussi atteignent la plasticité. Pour un matériau parfaitement plastique, les contraintes dans la zone plastique sont constantes (Figure 134 (a)). En outre, selon la littérature, pour un matériau avec un écrouissage, les contraintes continuent d'augmenter légèrement (Figure 134 (b)) [254].

Pour la majorité des matériaux métalliques, dont le comportement en traction et en compression est similaire, la fibre neutre se décale vers le centre de la courbure. Cependant, pour certains alliages présentant une asymétrie initiale entre la traction et la compression, tels que les alliages de magnésium, la fibre neutre peut se déplacer vers l'extérieur. En conséquence, la fibre neutre peut se déplacer par rapport au centre de la section, surtout dans les cas de rayons étroits. Ce déplacement est souvent attribué aux effets de conservation de la masse, qui provoquent une variation entre les zones de tension et de compression à travers la profondeur de la section transversale pendant la flexion plastique. La direction et la distance du déplacement de la fibre neutre dépendent des propriétés du matériau ainsi que de la courbure de flexion [254].

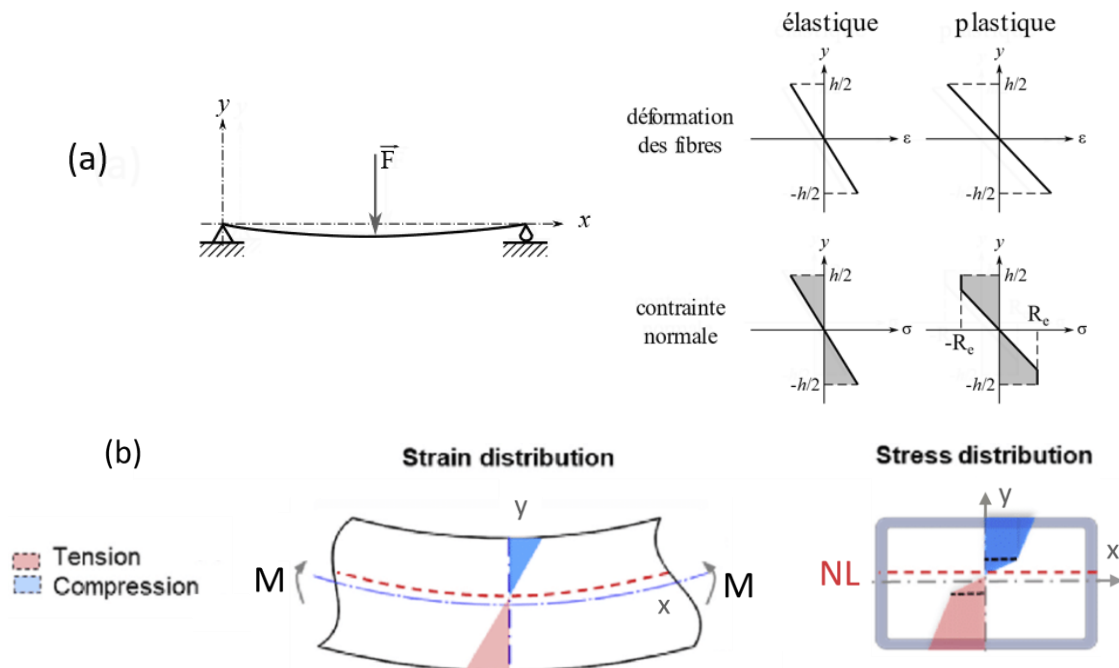


Figure 134 : Distribution de la déformation et de la contrainte (a) Pour un matériau parfaitement plastique (image : wikimedia) (b) Pour un matériau avec un écrouissage (NL = Fibre neutre) [254]

II.2. Principe de la corrélation d'images numériques

La corrélation d'images numériques (CIN) offre des avantages significatifs par rapport au simple relevé de la force et du déplacement de la traverse dans un essai de flexion. Contrairement aux mesures globales

de force et de déplacement, la CIN fournit une cartographie détaillée des déformations locales sur toute la surface de l'échantillon, permettant d'identifier des zones critiques, des concentrations de contraintes, et de suivre l'évolution des déformations au cours de l'essai.

II.2.1. Principe général de la corrélation d'images numériques

La CIN se base sur le calcul du **flot optique**, qui décrit le mouvement de chaque pixel dans une séquence d'images à l'aide d'un champ de vecteurs. L'objectif est de déterminer les champs de déplacement locaux en recherchant les correspondances entre une image de référence et une image après déformation (Figure 135).

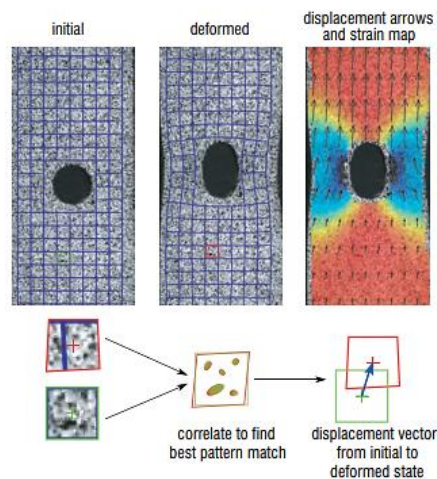


Figure 135 : Illustration du principe de la CIN [255]

Le flot optique repose sur l'hypothèse que l'intensité lumineuse d'un pixel reste constante au cours de son déplacement, ce qui implique une conservation du niveau de gris entre deux images successives. Cette hypothèse est exprimée par l'équation de conservation de l'intensité [256, 257] :

$$\frac{\partial I}{\partial x} u + \frac{\partial I}{\partial y} v + \frac{\partial I}{\partial t} = 0 \quad (\text{Équation 25})$$

Avec :

$I(x,y,t)$ la fonction définissant la luminosité du point se trouvant en (x, y) à l'instant t .

$\mathbf{u} = \frac{dx}{dt}$ et $\mathbf{v} = \frac{dy}{dt}$ les vecteurs décrivant comment le point s'est déplacé d'une image à l'autre (Figure 136).

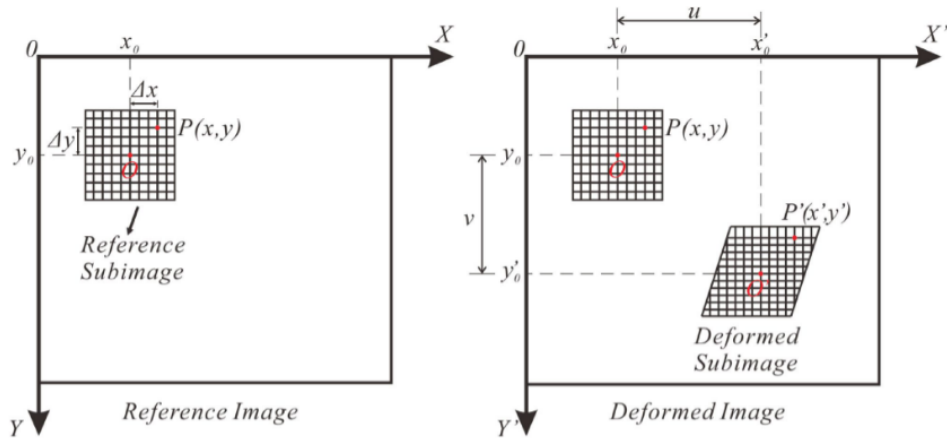


Figure 136 : Schéma du suivi et de la mise en correspondance de la sous-image dans la méthode CIN [258]

L'équation précédente est appelée *équation fondamentale du flot optique*. Toutefois, il existe une ambiguïté, appelée *problème d'ouverture*, car le niveau de gris d'un pixel de l'image de référence peut correspondre à la valeur de plusieurs autres pixels de l'image déformée [259]. Pour résoudre ce problème, plusieurs approches ont été développées [260–262].

II.2.2. Principe de la méthode DISFlow

L'approche choisie dans ce travail est la méthode DISFlow (*Dense Inverse Search Flow*) car elle est rapide et précise pour des mouvements complexes. Cet algorithme se base sur l'algorithme DIS (*Dense Inverse Search*) dans lequel les images sont divisées en petites zones rectangulaires appelées « fenêtres de corrélation » ou « patches » (Figure 137). Chaque patch contient un sous-ensemble des pixels de l'image originale. La méthode DIS compare les fenêtres de corrélation de l'image de référence (avant déformation) avec les fenêtres correspondantes dans l'image déformée. La comparaison se fait en utilisant une fonction de corrélation croisée²², qui mesure la similarité entre les deux fenêtres.

L'objectif est de trouver le déplacement du patch qui maximise cette fonction de corrélation, c'est-à-dire où la correspondance est la plus forte. Le déplacement qui donne la meilleure correspondance est interprété comme le déplacement réel des pixels entre les deux images. En répétant ce processus pour toutes les fenêtres de corrélation, on peut reconstruire le champ de déplacement à travers toute l'image à une échelle fine [263].

²² Une fonction de corrélation croisée est une mesure statistique qui quantifie la similitude entre deux signaux ou séries de données en fonction du décalage temporel ou spatial entre eux. Elle permet d'analyser comment un signal ou une série de données se rapporte à un autre lorsqu'on les déplace l'un par rapport à l'autre.

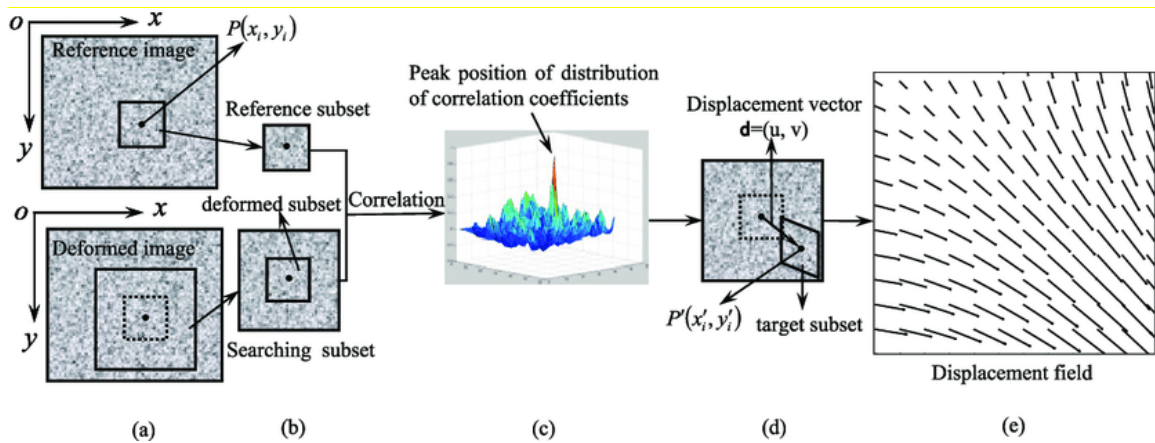


Figure 137 : Principe de la CIN basée sur les sous-ensembles. (a) Images avant et après déformation ; (b) sous-ensembles choisis respectivement à partir des images de référence et des images déformées ; (c) distribution du coefficient de corrélation ; (d) vecteur de déplacement du point intéressant ; (e) champ de déplacement. [263]

Cependant, dans les applications mécaniques, l'algorithme DIS présente certaines limites en termes de précision lorsqu'il s'agit de capturer des déformations très fines. En effet, la taille des fenêtres de corrélation est souvent trop grande pour détecter les variations à haute fréquence dans le champ de déplacement, ce qui le rend moins efficace dans les cas où des comportements non linéaires ou des concentrations de contraintes élevées sont présents. Ces limitations peuvent entraîner une perte de détails, notamment dans les zones où les gradients de déformation sont importants, ce qui réduit la capacité de l'algorithme à fournir une description précise des cinématiques locales.

DISFlow est une version optimisée et améliorée de DIS, conçue pour offrir une meilleure robustesse dans les situations où les mouvements sont plus complexes. Tout en conservant la base algorithmique de DIS, DISFlow introduit des améliorations permettant de mieux gérer les déformations locales et le suivi précis des objets en mouvement. L'algorithme génère un flot optique détaillé à l'échelle du pixel, tout en maintenant une grande rapidité de calcul. Cela permet de traiter efficacement des volumes de données importants, notamment issus de caméras haute résolution. DISFlow intègre également une pyramide multi-échelle²³, ce qui facilite la capture des grands mouvements et des déformations complexes. A chaque échelle de la pyramide, une analyse DIS est faite, puis une analyse variationnelle du flot optique (*variational refinement* [262]) est effectuée, avant de réitérer ce processus à l'échelle suivante de la pyramide.

Dans les algorithmes de flux optique comme DISFlow, l'énergie $E(U)$ associée au flot optique et à sa régularisation est une grandeur cruciale qui mesure la cohérence d'un champ de déplacement U . L'objectif du raffinement variationnel utilisé dans ces algorithmes est de minimiser cette énergie afin

²³ Une **pyramide multi-échelle** est une méthode consistant à générer une série d'images de résolution décroissante à partir de l'image d'origine, chaque niveau de la pyramide étant une version sous-échantillonnée. Cette approche permet d'identifier d'abord les mouvements globaux à faible résolution, puis de les affiner progressivement à des résolutions plus élevées, jusqu'à l'échelle du pixel.

d'obtenir un flot optique conforme aux contraintes physiques du mouvement. Cette énergie combine des termes d'intensité, de gradient et de lissage :

$$E(U) = \int_{\Omega} [\delta \cdot \Psi(E_I) + \gamma \cdot \Psi(E_G) + \alpha \cdot \Psi(E_S)] dx \quad (\text{Équation 26})$$

Avec :

Ω : le domaine de l'image considéré,

E_I : le terme d'intensité, qui impose la constance de la luminosité,

E_G : le terme de gradient, qui impose la constance du gradient entre les images,

E_S : le terme de lissage, qui impose une régularité au champ de déplacement U,

δ, γ et α sont des poids réglant l'importance relative de ces termes.

$\Psi(s^2) = \sqrt{s^2 + \varepsilon^2}$ est une fonction de pénalisation robuste, qui sert à limiter l'influence des valeurs aberrantes en réduisant l'impact des grandes erreurs (voir annexe 4 pour plus de détails sur ε).

II.2.3. Grandeurs étudiées grâce à la corrélation d'images numériques

Finalement, la CIN permet de remonter aux dérivées suivantes, calculées par différences finies sur la grille de l'image :

$$E_{xx} = \frac{\partial u}{\partial x} \quad (\text{Équation 27})$$

$$E_{yy} = \frac{\partial v}{\partial y} \quad (\text{Équation 28})$$

$$E_{xy} = \frac{\partial u}{\partial y} \quad (\text{Équation 29})$$

$$E_{yx} = \frac{\partial v}{\partial x} \quad (\text{Équation 30})$$

III. Méthodologie

Le matériau utilisé dans ce chapitre est le même que dans les chapitres précédents, à savoir un feedstock granulé d'AISI 316L (316L D 120E, PolyMIM®).

III.1. Choix des paramètres structuraux

La littérature met en évidence que la densité de remplissage joue un rôle déterminant dans la résistance mécanique des pièces, surpassant l'impact des différents motifs de remplissage. En conséquence, un motif unique a été sélectionné afin de se concentrer sur la variation du taux de remplissage. Par ailleurs, il a été décidé d'analyser l'influence du nombre de parois en se basant sur le remplissage le plus faible, car il est démontré que l'ajout d'un couvercle (représentée ici par les parois) améliore les propriétés mécaniques. Cette approche vise à déterminer s'il est préférable, pour un même encombrement, d'opter

pour un remplissage élevé avec un nombre limité de parois ou, au contraire, de privilégier davantage de parois avec un remplissage réduit.

III.1.1. Motif

Pour simplifier l'analyse et garantir une meilleure compréhension des résultats, seuls les motifs symétriques bidimensionnels ont été pris en compte. Dans le logiciel Cura, trois motifs répondant à ce critère sont disponibles, comme illustré à la Figure 138. Cependant, le motif « concentrique » ne peut être utilisé sans être recouvert. Le choix s'est donc porté sur le motif « grille », qui présente une pseudo-isotropie dans le plan xy, contrairement au motif triangulaire (sauf s'il est orienté à 45°, ce qui compromettrait sa symétrie).

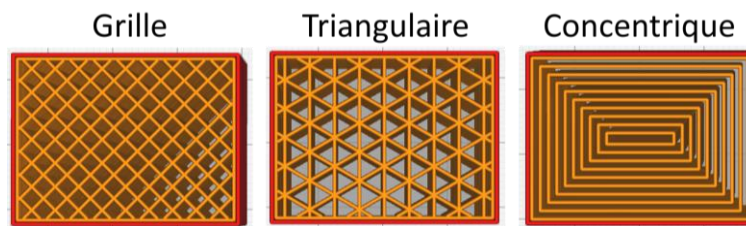


Figure 138 : Motifs bidimensionnels disponibles dans le logiciel Ultimaker Cura

III.1.2. Densité de remplissage

Pour déterminer les densités de remplissage appropriées, une étude préliminaire a été réalisée sur des échantillons imprimés et frittés dans le four de laboratoire Pyrox, sous argon en découplant le déliantage et le frittage (voir chapitre 2). Les résultats ont montré qu'avec un taux de remplissage inférieur à 50%, la paroi supérieure, et dans une moindre mesure la paroi inférieure, s'affaissaient sous la charge, se déformant en prenant la forme des appuis (Figure 139). Ce phénomène est problématique dans le cas de notre étude car il ne permet plus d'étudier la structure dans son ensemble, mais plutôt les effets locaux d'écrasement des parois. Par conséquent, il a été décidé de concentrer l'étude sur des taux de remplissage supérieurs à 50%.

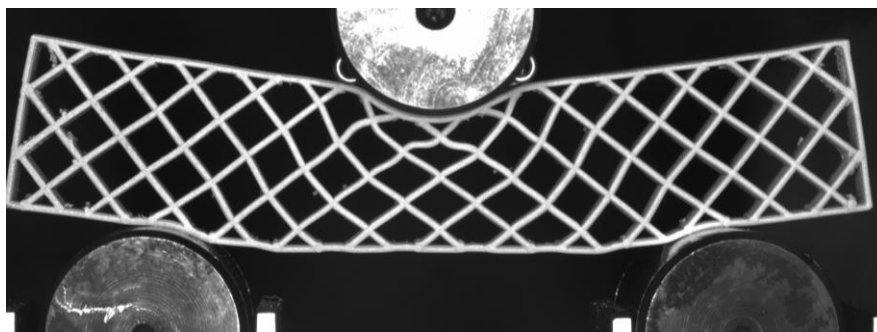


Figure 139 : Exemple de déformation pour une poutre remplie à 25%

Le taux de remplissage maximal a été fixé à 75% afin de trouver un compromis optimal entre la performance mécanique et l'allégement de la pièce. Par conséquent, trois densités de remplissage ont été étudiées : **50%, 62,5% et 75%**.

III.1.3. Nombre de parois

L'influence du nombre de parois sur les propriétés mécaniques a été étudiée exclusivement pour un taux de remplissage de 50%, en analysant les échantillons comportant **1, 3 ou 5 parois**. L'ensemble des parois accolés sera appelé « mur » (Figure 140) et les différentes configurations seront désignées conformément aux dénominations présentées dans le Tableau 26.

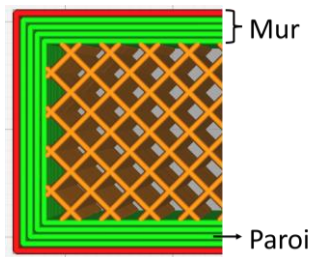


Figure 140 : Mur et paroi

Tableau 26 : Appellation pour les différentes configurations de poutre

	Remplissage 50%	Remplissage 62,5%	Remplissage 75%
1 paroi	R50	R62.5	R75
3 parois	R50-3P	-	-
5 parois	R50-5P	-	-

III.2. Équipement

La machine d'essais utilisée (5800, Instron) est la même que celle utilisée pour les essais de traction, avec une cellule d'effort de 50 kN.

L'appareillage disponible au sein du laboratoire étant de la flexion 3 points, c'est cette dernière qui a été choisie. Une particularité notable de l'appareil de flexion utilisé réside dans les appuis. Ces derniers sont cylindriques et les appuis inférieurs peuvent se mouvoir latéralement jusqu'à une certaine limite, comme schématisé sur la Figure 141. Ce mouvement est néanmoins contrôlé par une attache, qui maintient les appuis dans une position définie pour éviter un déplacement excessif ou une instabilité lors de l'essai. L'avantage principal de ce dispositif réside dans sa capacité à mieux répartir les contraintes au niveau des points de contact entre l'échantillon et les appuis. En permettant un léger déplacement latéral, il réduit les concentrations de contraintes qui pourraient survenir avec des appuis fixes et rigides, limitant ainsi les risques de déformations localisées ou de ruptures prématurées.

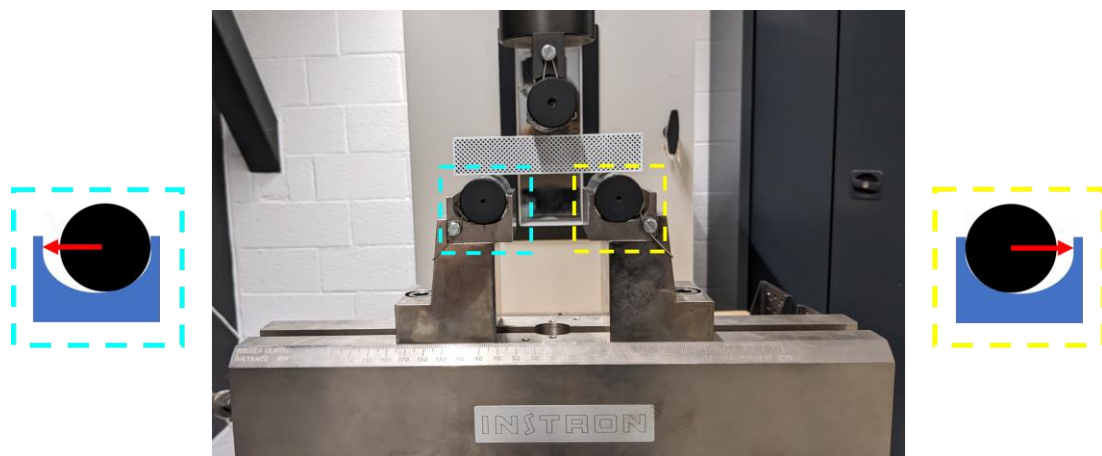


Figure 141 : Appareillage utilisé pour la flexion trois points

La caméra utilisée pour la corrélation d'images est une caméra monochrome de 12,4 mégapixels (MC124MG-SY-UB XiC, Ximea) équipée d'un objectif macro (Macro Lens EF 100mm f/2,8, Canon). L'ensemble a été monté sur un trépied photo et placé devant la machine d'essais.

III.3. Paramètres d'impression et de frittage

III.3.1. Dimension des échantillons

La taille des échantillons a été déterminée de manière à garantir, d'une part, des dimensions compatibles avec le système de flexion utilisé, et d'autre part, d'assurer la présence de plusieurs motifs dans chaque pièce. Ainsi, les dimensions des pièces vertes ont été fixées à 120 x 25 x 12 mm (Figure 142).

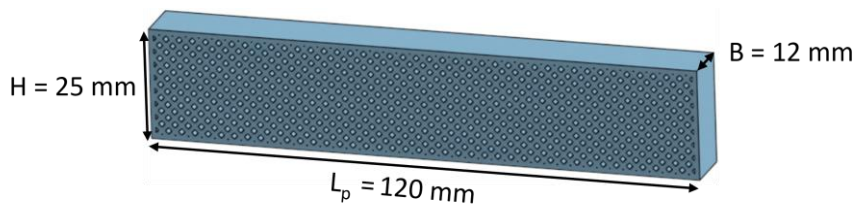


Figure 142 : Dimensions des poutres vertes (exemple d'une poutre R75)

III.3.2. Impression

Les paramètres d'impression fixes sont récapitulés dans le Tableau 26. Comme pour les éprouvettes de traction, les échantillons ont été imprimés sur un radeau en TPU afin de prévenir tout décollement pendant le processus.

L'épaisseur nominale des cordons pour l'AISI 316L a été définie à 0,8 mm. Cependant, l'épaisseur réellement obtenue lors de l'impression diffère. Cette variation est due aux limitations des logiciels de tranchage (*slicing*) actuellement disponibles, qui ne permettent pas d'atteindre facilement une épaisseur précise lors de l'utilisation d'une vis d'extrusion. Toutefois, l'épaisseur des cordons sera mesurée après frittage afin de travailler avec les paramètres réels.

Tableau 27 : Paramètres d'impression pour les poutres de flexion

	TPU	316L
Température d'impression (°C)	205	195
Température du plateau (°C)	60	
Vitesse d'impression (mm/s)	30	15
Hauteur des couches (mm)	0,2	0,2
Largeur des cordons (mm)	0,6	0,8
Débit (%)	100	85
Chevauchement entre le remplissage et les parois (%)	10	30

III.3.3. Frittage

Afin de s'assurer que les échantillons soient frittés de manière répétable, les échantillons ont été frittés dans le four industriel du CRITT Matériaux Innovation (présenté dans le chapitre 2). Le cycle thermique utilisé est donné en Figure 143. La rampe de déliantage a été fixée à 2°C/min, légèrement plus lente que celle recommandée par le fournisseur (3°C/min), en raison de la taille conséquente des pièces. En effet,

une rampe plus lente garantit un déliantage homogène et efficace, minimisant ainsi les risques de défauts dans les grosses pièces. Le frittage a ensuite été réalisé à 1360°C pendant 2 heures, suivi d'un palier d'austénitisation post-frittage (détails dans le chapitre 2). Le gaz utilisé, aussi bien pour le déliantage que pour le frittage, est un mélange de 20% d'hydrogène (H₂) et 80% d'argon (Ar). L'utilisation d'hydrogène pur n'a pas été possible en raison d'une défaillance partielle du système de refroidissement, qui ne permettait pas de dépasser 1340°C avec cette atmosphère.

Le refroidissement après le palier d'austénitisation a été programmé à 15°C/min.

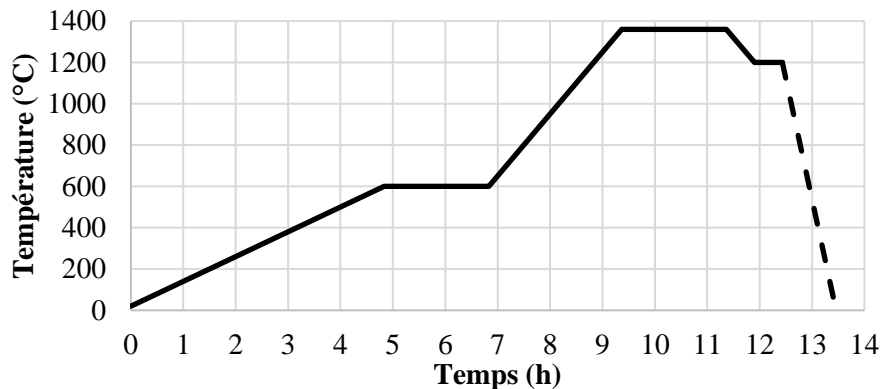


Figure 143 : Cycle thermique utilisé pour le déliantage et frittage des poutres

III.4. Échantillons étudiés

Un exemple des poutres obtenues après frittage est donné en Figure 133, pour chaque type de poutre étudié.

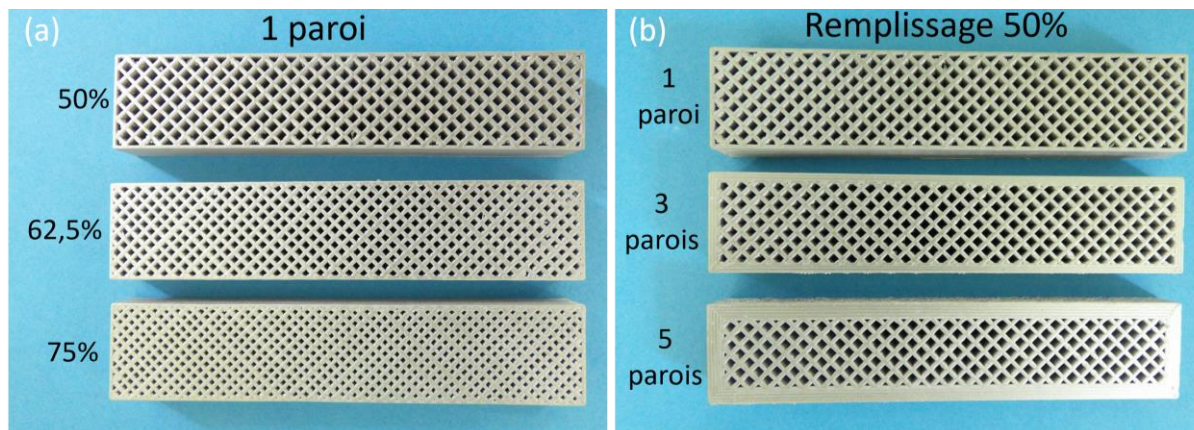


Figure 144 : Exemples de poutres de flexion après frittage (a) Avec différents taux de remplissage (b) Avec différents nombres de parois

Les dimensions des échantillons après frittage sont données dans le Tableau 28. La largeur et l'épaisseur globales sont assez similaires pour tous les échantillons. En ce qui concerne l'épaisseur des cordons après frittage, elle est d'environ 1 mm, à l'exception des poutres R75, où elle est légèrement inférieure, avoisinant 0,9 mm. Comme mentionné précédemment, ces variations résultent des limitations des logiciels de tranchage.

Tableau 28 : Dimensions moyennes des éprouvettes après frittage (en mm)

	Largeur (H)	Epaisseur (B)	Epaisseur des cordons (e_c)	Epaisseur du mur extérieur
R50	21,4 ± 0,2	10,4 ± 0	1,04 ± 0,1	1,04 ± 0,1
R62.5	21,5 ± 0,1	10,4 ± 0,1	1,03 ± 01	1,03 ± 01
R75	21,3 ± 0,2	10,4 ± 0,1	0,93 ± 0,1	0,93 ± 0,1
R50-3P	21,4 ± 0,2	10, 4 ± 0,1	1,04 ± 0,1	2,2 ± 0
R50-5P	21,7 ± 0,2	10,3 ± 0,1	1,04 ± 0,1	3,5 ± 0,1

La densité du **matériau** a été calculée par double pesée sur les poutres R50, R50-3P et R50-5P. Il n'a pas été possible de mesurer la densité des échantillons avec un taux de remplissage plus élevé, car l'eau ne pénétrait pas correctement dans le motif, ce qui perturbait la précision de la mesure. La densité obtenue pour les échantillons testés est de 7,8 g/cm³, légèrement inférieure à celle des échantillons frittés sous hydrogène pur, comme discuté dans le chapitre 3.

La masse des pièces après frittage est donnée dans le Tableau 29. Le pourcentage d'allègement a été calculé en prenant comme référence une pièce théorique de même dimension, avec une densité de remplissage de 100% et en utilisant la valeur de densité mesurée précédemment. Dans ce tableau, il est intéressant de noter que les masses des échantillons R62.5 et R50-3P sont proches et que celles des échantillons R75 et R50-5P sont quasiment identiques.

Dans le chapitre 3, il a été démontré que la rigidité était corrélée linéairement à la densité. En s'appuyant sur cette relation, le module de Young du matériau, comportant des porosités, a été estimé à 180 GPa.

Tableau 29 : Masses moyennes et écart-type des éprouvettes de flexion après frittage (en g) et allègement par rapport à une pièce qui comprendrait un remplissage de 100%

	Masse (g)	Allègement (%)
R50	104,9 ± 0,3	42
R50 – 3P	116,2 ± 0,1	35
R50 – 5P	129,6 ± 1,1	28
R62.5	119,7 ± 0,4	33
R75	130,0 ± 0,4	28

III.5. Protocole

III.5.1. Protocole d'essai

Un mouchetis, permettant d'avoir un contraste et de faciliter l'analyse visuelle lors de la mesure du flot optique, a été appliqué sur l'ensemble des poutres. La base a été peinte en noir à l'aide d'une bombe de peinture, tandis que les taches ont été réalisées avec un aérographe équipé d'une buse de 0,6 mm.

Les essais de flexion ont été pilotés en déplacement via le module *Crappy* [199] qui a permis de synchroniser précisément les données de force, de déplacement, et des images acquises pour la CIN, assurant un référentiel temporel commun entre les différentes sources de données (Figure 145). Ainsi, les enregistrements effectués durant l'essai comprennent le temps, l'effort, et le déplacement de la

traverse, tandis que chaque image est horodatée, garantissant une correspondance temporelle précise entre les mesures mécaniques et les observations visuelles.

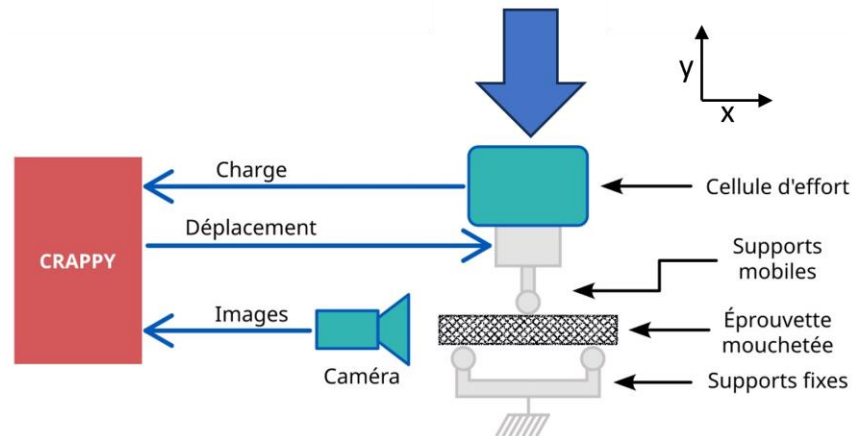


Figure 145 : Schéma du dispositif expérimental de flexion

Comme pour les essais de traction, les éprouvettes ont été soumises à une charge cyclique, de 1kN à 10kN, par incréments de 1kN. Au-delà de 10 kN, l'essai devient monotone et a été interrompu soit après la rupture, soit à l'atteinte de la limite de la cellule de charge.

La corrélation a été réalisée grâce à l'algorithme **DISOpticalFlow** qui utilise la méthode DISFlow pour estimer le flux optique. Cet algorithme est implémenté dans la bibliothèque OpenCV (*Open Source Computer Vision Library*) en Python. Les paramètres spécifiques utilisés pour la corrélation sont détaillés en annexe 4.

Les grandeurs étudiées dans cette étude grâce à la CIN sont les suivantes (se référer à la Figure 145 pour le sens de sollicitation) :

- $\epsilon_{xx} = E_{xx}$, reflétant l'étirement ou la compression dans la direction x,
- $\epsilon_{yy} = E_{yy}$, reflétant l'étirement ou la compression dans la direction y,
- ϵ_{xy} représentant la composante de cisaillement du tenseur de déformation dans le plan x-y,
- ω_{xy} représentant la rotation locale du champ de déplacement dans le plan x-y.

Le cisaillement et la rotation se trouvent grâce aux équations suivantes [259] :

$$\epsilon_{xy} = \frac{1}{2} \cdot (E_{xy} + E_{yx}) \quad (\text{Équation 31})$$

$$\omega_{xy} = \frac{1}{2} \cdot (E_{xy} - E_{yx}) \quad (\text{Équation 32})$$

III.5.2. Estimation des moments quadratiques pour les structures en treillis

III.5.2.1. Moments quadratiques locaux

Pour simplifier le calcul du moment quadratique en fonction de la position x dans la poutre, chaque type de poutre a été modélisé à l'aide d'un logiciel de CAO. Cette modélisation prend en compte les

dimensions réelles de chaque poutre, notamment la hauteur et l'épaisseur, ainsi que l'épaisseur des cordons après frittage (voir Tableau 28).

Dans le cas d'une poutre avec un remplissage en « grille » à 45°, sa structure interne peut être considérée comme un assemblage de sous-éléments géométriques rectangulaires. En effet, en observant une coupe transversale de la poutre, on remarque qu'elle est constituée de multiples rectangles, comme illustré sur la Figure 146. Le nombre et la taille des rectangles dépendent de la position en x dans la poutre.

Pour calculer les moments quadratiques locaux, on peut distinguer deux cas en fonction de la position x dans la poutre :

- **Sections dans les croisements** (exemple en Figure 146 (a)) : ici, les rectangles centraux sont moins nombreux mais plus grands. Dans ces zones de croisement, la distance à la fibre neutre de chaque rectangle reste constante, mais la hauteur de ces rectangles varie en fonction de x .
- **Sections en dehors des croisements** (exemple en Figure 146 (b)) : dans ces sections, les rectangles sont plus nombreux mais moins grands. La hauteur des rectangles reste constante pour chaque coupe. Cependant, la distance à la fibre neutre de chaque rectangle évolue en fonction de x .

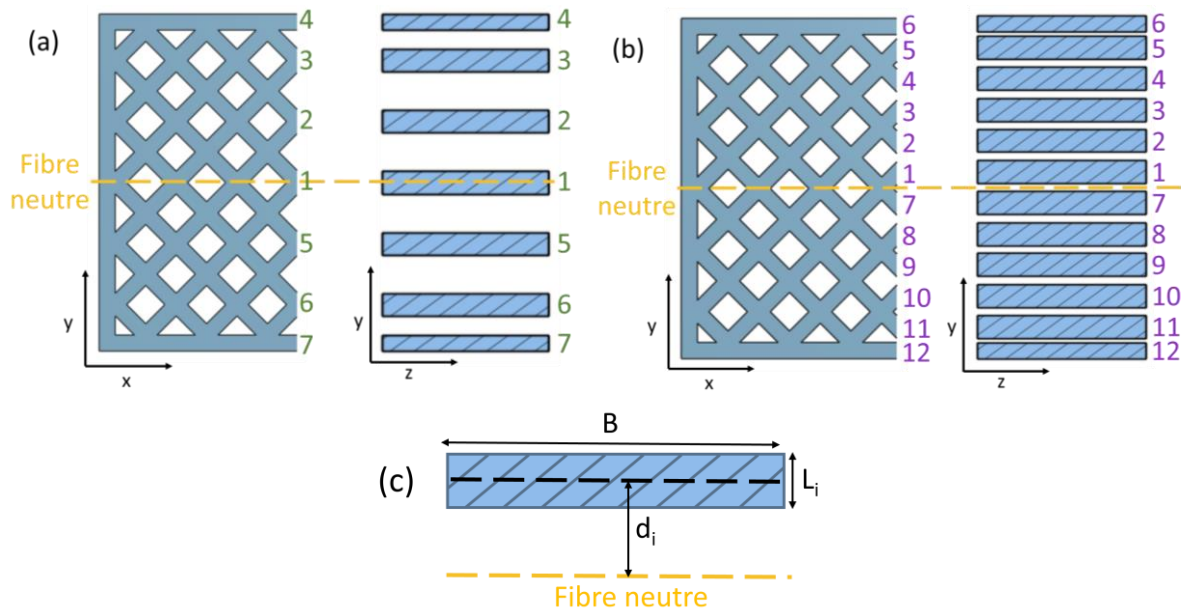


Figure 146 : Exemples de coupes pour une poutre avec remplissage à 50% de type « grille » (a) Dans un croisement (b) Hors croisement ; (c) Hauteur L_i et distance par rapport à la fibre neutre d_i du rectangle i

L'exemple du calcul des hauteurs de chaque rectangle ainsi que de la distance à la fibre neutre pour chaque rectangle de la poutre R50 est illustré à la Figure 147 où :

- x est la position dans la poutre, en valeur absolue,
- e_c est l'épaisseur du cordon déposé, après frittage,
- h est la hauteur des rectangles centraux hors croisement (section violette),
- H est la hauteur totale de la poutre principale,
- l est la longueur d'une période, le motif se répétant de nombreuses fois,

- L_i est l'épaisseur du rectangle i (Figure 146 (c)) dans la section considérée (jaune, violette ou verte),
- d_i est la hauteur du centre de gravité du rectangle i (Figure 146 (c)) dans la section considérée, (jaune, violette ou verte).

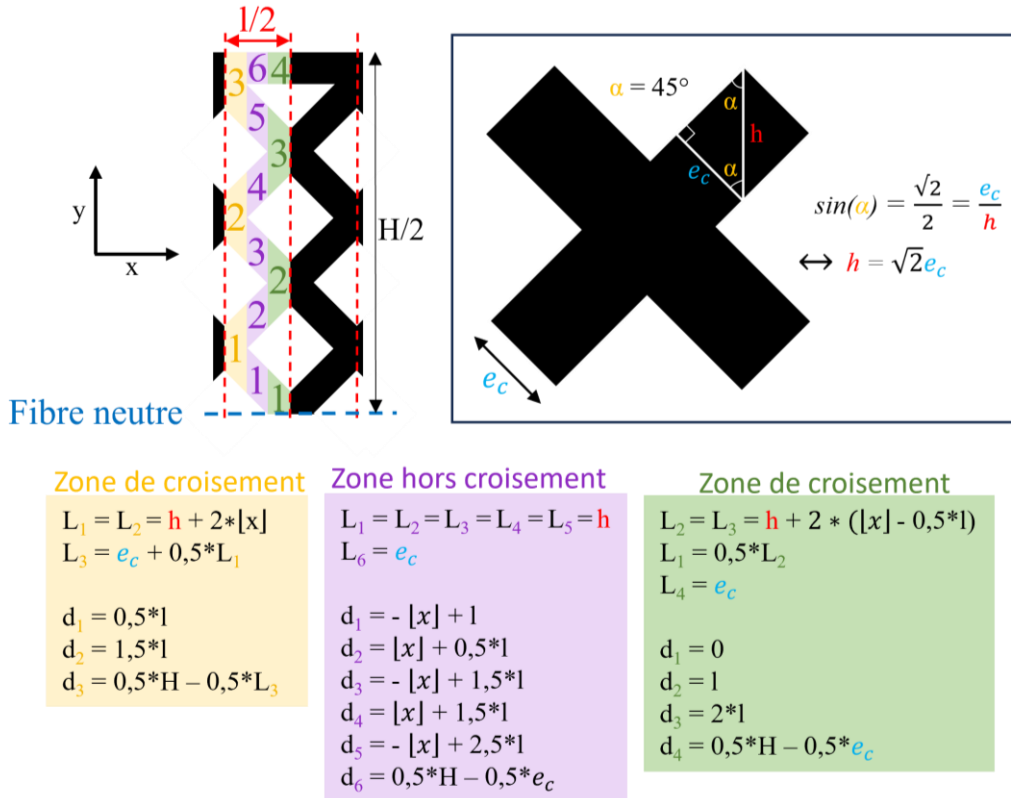


Figure 147 : Mesure des épaisseurs des poutres secondaires (L_i) et de la position des poutres par rapport à la fibre neutre (d_i)

Le théorème de Steiner présenté précédemment, peut également s'écrire :

$$I(x) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{B \cdot L_i^3(x)}{12} + B \cdot L_i(x) \cdot d_i(x)^2 \right) \quad (\text{Équation 33})$$

Avec B l'épaisseur de la poutre et n le nombre de rectangles.

Dans notre cas, le problème est symétrique par rapport à la fibre neutre et peut donc s'écrire :

$$I(x) = 2 \cdot \sum_{i=1}^{n/2} \left(\frac{B \cdot L_i^3(x)}{12} + B \cdot L_i(x) \cdot d_i(x)^2 \right) \quad (\text{Équation 34})$$

En outre, le problème est symétrique par rapport à $l/2$ (axe y).

Ainsi, le moment quadratique en fonction de x peut être calculé en utilisant l'équation 34 et en utilisant les L_i et d_i donnés en Figure 147.

III.5.2.2. Moments quadratiques moyens

Les moments quadratiques ont été moyennés sur quatre périodes pour obtenir le moment quadratique moyen, soit :

$$I_{moyen} = \frac{1}{4l} \int_{-2l}^{2l} I(x) dx \quad (\text{Équation 35})$$

Les valeurs des moments ont été arrondies à la dizaine.

III.5.3. Évaluation des propriétés mécaniques dans la partie élastique

Les formules introduites dans la section II.1.2 sont valables uniquement pour des poutres pleines. Pour une poutre structurée, le calcul des propriétés devient plus complexe car la hauteur H , le module de Young E et le moment quadratique I ne s'appliquent plus directement.

L'approche généralement utilisée dans la littérature consiste à déterminer un module de Young effectif (E^*), correspondant au module de Young de la structure, par des essais de traction et en l'utilisant dans les formules [264]. Cependant, cette méthode est coûteuse en temps puisqu'elle nécessite la réalisation d'essais de traction en complément des essais de flexion.

Dans ce travail de thèse, une autre approche est proposée. Elle consiste à utiliser le moment quadratique moyen calculé pour chaque type de poutre. Ainsi, la contrainte sera calculée comme suit :

$$\sigma = \frac{F \cdot L \cdot H}{8 \cdot I_{moyen}} \quad (\text{Équation 36})$$

En prenant :

- **F**, la force enregistrée par la machine (en N),
- **L**, l'écart initial entre les deux appuis, soit 70 mm,
- **H**, la largeur de l'éprouvette en mm, prise dans le Tableau 28.

La déformation sera évaluée par :

$$\varepsilon_f = \frac{6 \cdot \delta \cdot H}{L^2} \quad (\text{Équation 37})$$

Avec δ (en mm), prise comme le déplacement de la traverse²⁴.

Le module d'élasticité sera évalué en prenant la pente dans la partie linéaire de la courbe contrainte-déformation, en ayant retiré les cycles, et la limite d'élasticité sera évaluée à 0,2% de déformation.

²⁴ Partie mobile de la machine d'essai

IV. Moments quadratiques

IV.1. Moments quadratiques en fonction de la position dans la poutre

IV.1.1. Densité de remplissage

La Figure 148 illustre les moments quadratiques des poutres de différents remplissages, ainsi que la variation de leur section, en fonction de la position x dans la poutre sur quatre périodes (l).

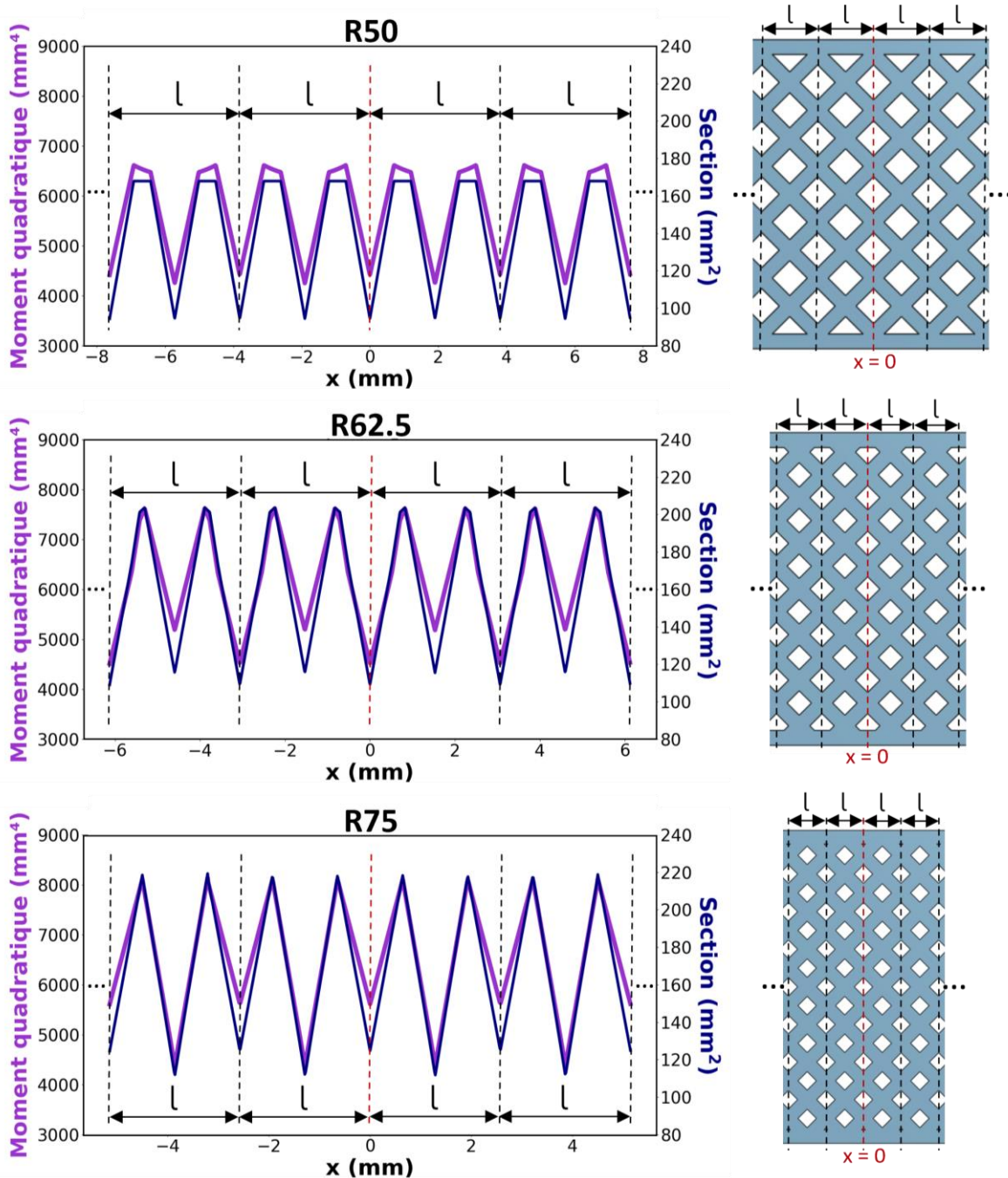


Figure 148 : Moments quadratiques et sections en fonction de la position x dans les poutres de différents remplissages

Les résultats montrent que le moment quadratique local est étroitement lié à la section locale. Cela était attendu, car pour une même forme, plus la section d'une poutre est grande, plus sa résistance à la flexion

est élevée. Toutefois, pour les poutres R50, certains intervalles présentent une section totale constante, mais un moment d'inertie variable. Ces intervalles correspondent à des zones hors croisement (zone violette dans la Figure 147). Ainsi, en dehors des croisements, l'évolution du moment quadratique devient plus lente et non linéaire en raison des facteurs suivants :

- Les moments locaux (I_i) sont constants et négligeables devant le second terme $A_i d_i^2$
- Les hauteurs (L_i) sont constantes
- Les distances par rapport à la fibre neutre (d_i) varient, ce qui conduit à une évolution quadratique du moment dans ces sections.

Ces zones n'existent pas pour les poutres R75 car il n'existe pas de zone hors croisement ou elles sont très petites devant les zones de croisement. En outre, pour les poutres R62.5, les zones hors croisement sont petites et les rectangles extérieurs n'ont pas une épaisseur constante en fonction de x .

Enfin, pour toutes les poutres, certaines portions des courbes montrent une variation linéaire, qu'elles soient croissantes ou décroissantes, avec une pente assez prononcée. Ce comportement s'explique par le fait que ces segments correspondent aux zones de croisements, où :

- Les moments locaux (I_i) sont négligeables devant le second terme $A_i d_i^2$
- Les distances par rapport à la fibre neutre des poutres secondaires (d_i) restent constantes en fonction de x
- Dans le second terme, seules les hauteurs (L_i) varient linéairement avec x , ce qui explique l'évolution linéaire du moment quadratique global dans ces segments.

IV.1.2. Nombre de parois

La Figure 149 illustre les moments quadratiques des poutres avec une densité de remplissage de 50% mais différents nombres de parois, ainsi que la variation de leur section, en fonction de la position x dans la poutre sur quatre périodes (l). La Figure 149 (a) est identique à la Figure 148 (a) mais a été reportée pour permettre une comparaison directe.

De même que précédemment, le moment quadratique est étroitement corrélé à la variation de section. Toutefois, il est notable que l'augmentation du nombre de parois, et donc de l'épaisseur du mur extérieur, comprime la courbe. En effet, l'écart entre les valeurs maximales et minimales globales se réduit à mesure que l'épaisseur du mur augmente.

Ce phénomène s'explique par le *théorème de Steiner*, qui stipule que la contribution au moment d'inertie d'une section par rapport à un axe est d'autant plus importante que cette section est éloignée de l'axe neutre. Ainsi, l'ajout de parois extérieures, plus distantes du centre de la section, joue un rôle déterminant dans l'augmentation du moment quadratique total. En d'autres termes, la poutre la plus extérieure exerce l'influence prédominante sur le moment quadratique, renforçant la rigidité globale de la structure et réduisant les variations locales.

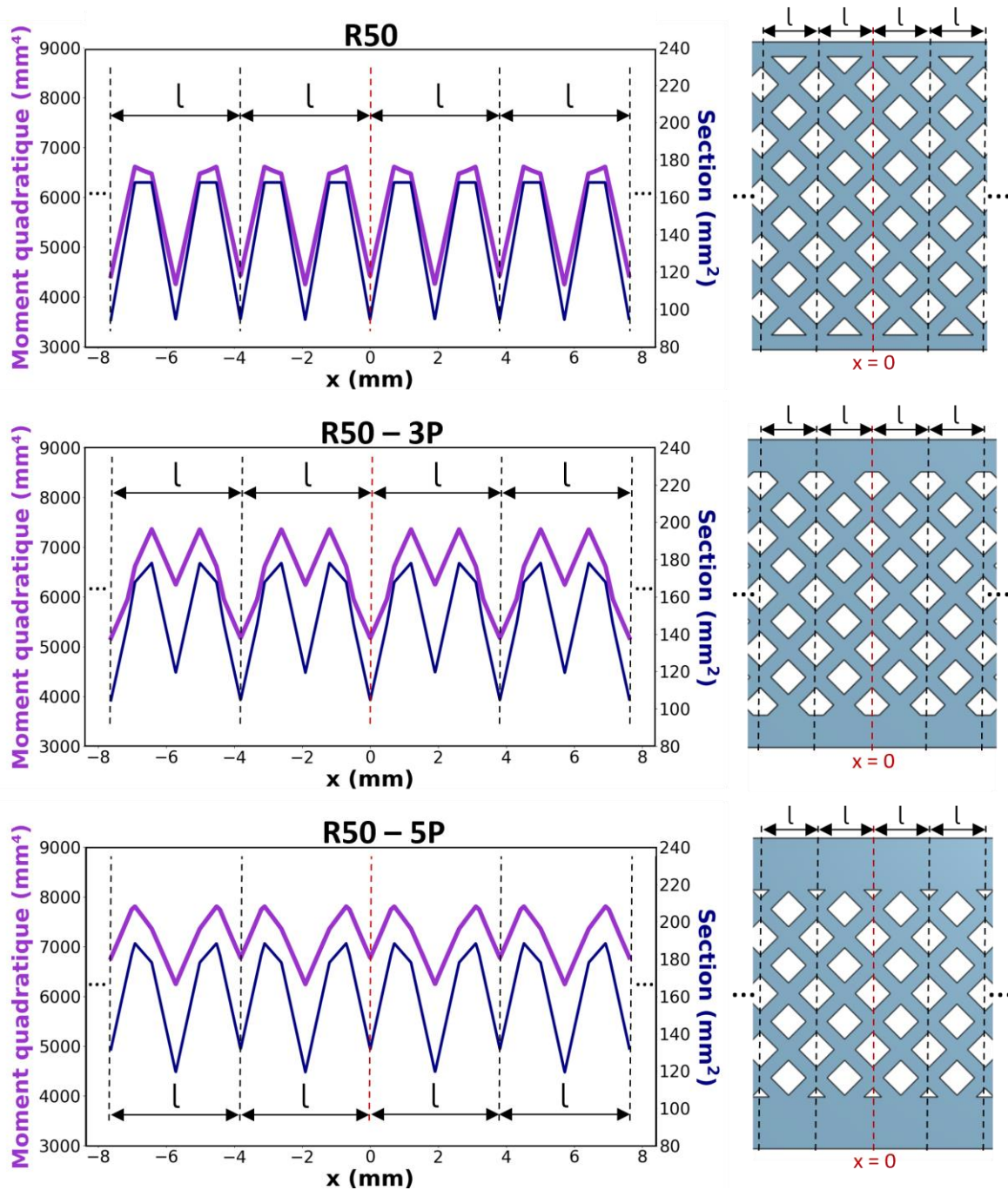


Figure 149 : Moments quadratiques et sections en fonction de la position x dans les poutres de remplissage 50% avec différents nombres de parois

IV.2. Valeurs des moments quadratiques

La Figure 150 présente les moments quadratiques moyens pour chaque type de poutre, lesquels sont également répertoriés dans le Tableau 30, accompagnés des valeurs minimales et maximales.

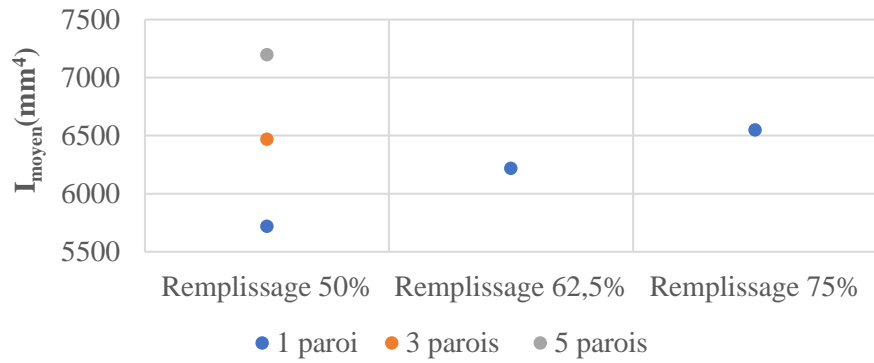


Figure 150 : Moments quadratiques moyens

Comme déjà observé en partie sur les courbes, les moments quadratiques moyens augmentent plus rapidement avec l'ajout de parois extérieures qu'avec une augmentation de la densité de remplissage. Ainsi, pour la même masse, le moment quadratique des poutre R50-5P est largement supérieur au moment quadratique des poutre R75. Cela montre encore une fois l'importance du mur extérieur sur le moment quadratique.

Tableau 30 : Valeurs moyennes, minimales et maximales des moments quadratiques pour chaque type de poutre

Poutre	$I_{\text{moyen}} (\text{mm}^4)$	$I_{\text{min}} (\text{mm}^4)$	$I_{\text{max}} (\text{mm}^4)$	$\Delta I (= I_{\text{max}} - I_{\text{min}}) (\text{mm}^4)$
R50	5720	4250	6610	2360
R62.5	6220	4510	7620	3110
R75	6550	4380	8120	3740
R50 – 3P	6470	5170	7360	2190
R50 – 5P	7200	6250	7810	1560

En outre, l'écart entre les valeurs maximales et minimales (ΔI) augmente avec l'augmentation du taux de remplissage mais, comme déjà évoqué précédemment, cet écart se réduit à mesure que l'épaisseur du mur augmente. Pour une même masse, un écart $\Delta(I)$ plus faible indique que cette configuration présente une distribution plus homogène du moment quadratique le long de la poutre. Cela pourrait suggérer que la répartition de la rigidité et de la résistance est plus uniforme dans la poutre R50-5P que dans la poutre R75 et de même pour la poutre R50-3P par rapport à la poutre R62.5. Une distribution plus homogène du moment quadratique signifie que la poutre R50-5P pourrait mieux répartir les contraintes, réduisant ainsi les risques de concentrations de contraintes à certains points critiques. Cela pourrait rendre la poutre moins sensible aux déformations ou aux points de faiblesse locaux sous charge.

V. Essais de flexion : comportement global

V.1. Courbes force-déplacement

V.1.1. Densité de remplissage

Les courbes force-déplacement obtenues pour les différentes densités de remplissage sont données en Figure 151. Les encadrés en pointillés noirs sur chacune des figures indiquent le comportement élasto-plastique de la structure exploitable sur l'interprétation des résultats.

Toutes les courbes montrent une partie élastique linéaire, puis une partie plastique avec un écrouissage assez important, suivi d'un plateau. Ce plateau correspond au moment où les supports cylindriques inférieurs commencent à se déplacer latéralement de manière plus marquée. Les images prises durant l'essai montrent en effet clairement ce roulement accru des supports, illustrant visuellement l'influence des conditions de support sur la réponse mécanique de l'éprouvette. Tant que ce déplacement reste limité, la force appliquée est efficacement transmise à l'éprouvette, entraînant une augmentation proportionnelle de la déformation. Cependant, lorsque les supports commencent à rouler, le mode de transfert de force change. En effet, au lieu que l'augmentation de la force provoque une déformation continue de l'éprouvette, une partie de cette force est utilisée pour générer un mouvement des supports, via un glissement relatif entre les deux corps en contact. Ainsi, bien que la force appliquée continue d'augmenter, la déformation de l'éprouvette stagne, ce qui se traduit par le plateau observé sur la courbe.

Concernant les cycles, il est notable que les pentes lors des charges et des décharges sont supérieures à celles que l'on obtiendrait en prenant uniquement l'enveloppe de la courbe de charge dans la partie élastique, comme illustré en Figure 152. Ce phénomène peut s'expliquer par la *théorie du contact de Hertz*, qui décrit le comportement d'une surface en contact avec une autre sous l'effet d'une charge. Selon cette théorie, le contact s'établit sur une zone localisée et génère des déformations qui ne se répercutent pas de manière uniforme sur tout le matériau. Ainsi, lors de chaque cycle de chargement et déchargement, des phénomènes de glissement localisé, de frottement et de relaxation se produisent au niveau de la zone de contact, entraînant une dissipation d'énergie. Ces effets de dissipation, principalement observés lors de la décharge, augmentent le module apparent par rapport à celui mesuré sur l'enveloppe, où ces phénomènes sont moins prononcés, car l'enveloppe ne prend pas en compte les détails fins des cycles de charge-décharge. Ces frottements sont particulièrement visibles dans l'hystérésis croissante lors des cycles de charge/décharge, comme illustré sur les agrandissements (Figure 151 (d) – (f)).

En outre, cette différence de pente pourrait être due à un effet de plasticité locale.

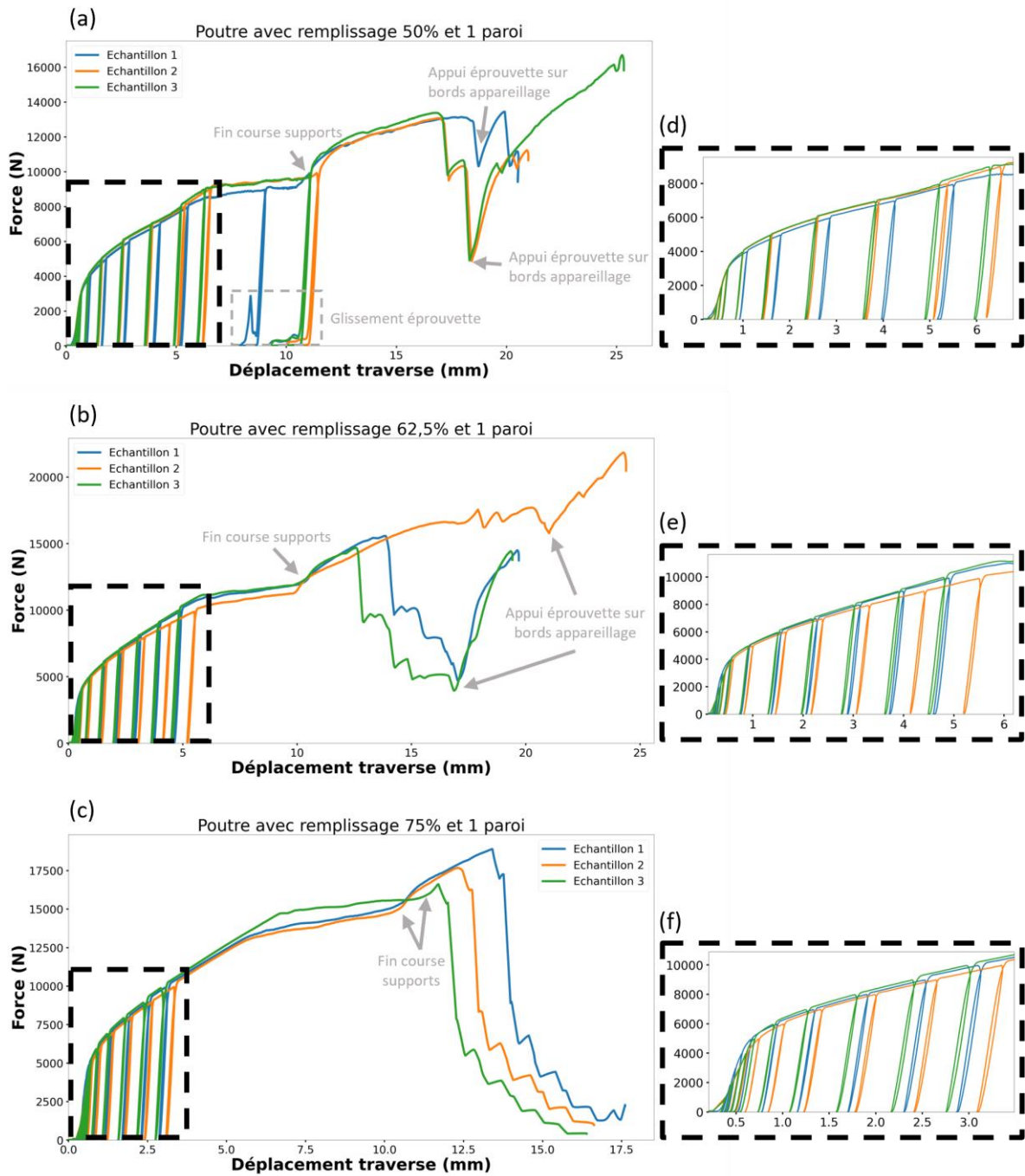


Figure 151 : Courbes Force-déplacement pour les poutres (a) R50, (b) R62.5 et (c) R75 ; Agrandissement au niveau des cycles pour les poutres (d) R50, (e) R62.5 et (f) R75

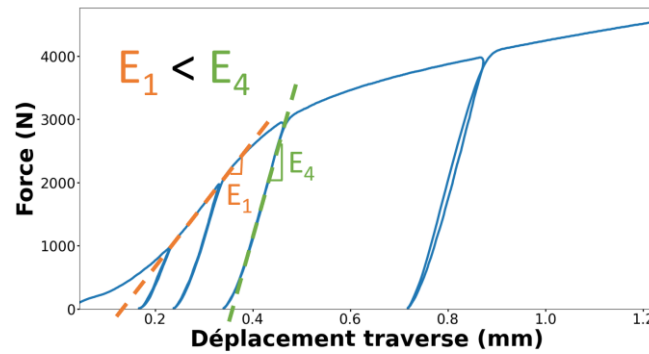


Figure 152 : Exemple de pentes (R50 – Echantillon 1), en orange sur l’enveloppe et en vert sur une charge

Au-delà des plateaux, les résultats sont plus difficilement exploitables car d’autres phénomènes liés à l’environnement de l’essai (glissement de l’éprouvette, mis en contact des appuis avec le bâti, etc.) sont apparus. Les points d’inflexion ou d’inversion liés au matériel et non à des propriétés de la structure sont annotés en gris sur les courbes et sont définis comme suit :

- **Fin de course support** : Le premier changement de pente dans la partie plastique (augmentation brusque de la force) indique la fin de course des appuis inférieurs, comme illustré en Figure 153 (a) ;
- **Appui éprouvette sur bord appareillage** : La seconde augmentation brusque, observée uniquement sur les courbes des Figure 151 (a) et (b) résulte d’une déformation importante de l’éprouvette, qui entre alors en contact avec l’appareillage, comme montré en Figure 153 (b) ;
- **Glissement éprouvette** : Pour les échantillons R50 (Figure 151 (a)), un glissement s’est produit lors du dernier cycle de charge/décharge, ce qui se reflète sur la courbe. En phase de décharge, les échantillons ont glissé de quelques millimètres, obligeant la traverse à se déplacer davantage lors de la recharge pour rétablir le contact avec l’échantillon.

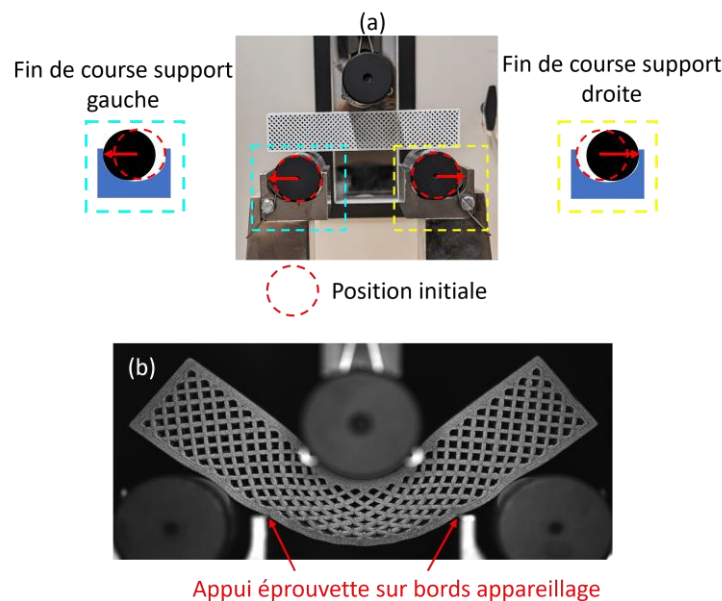


Figure 153 : (a) Illustration de la fin de course des supports inférieurs (b) Poutre prenant appui sur les bords de l’appareillage de flexion

V.1.2. Nombre de parois

Les courbes obtenues pour les différentes épaisseurs de parois sont données en Figure 154.

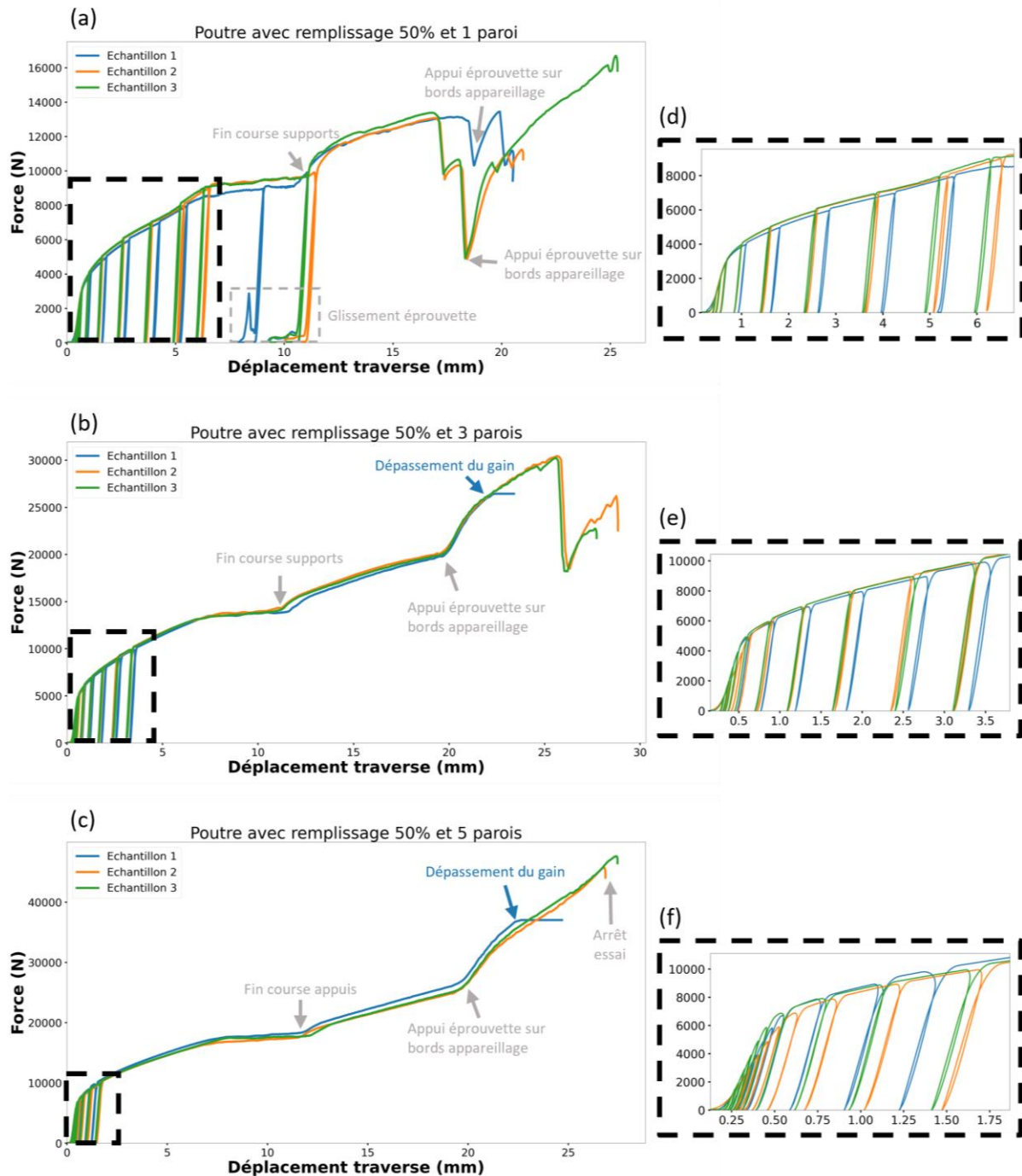


Figure 154 : Courbes Force-déplacement pour les poutres (a) R50 ; (b) R50-3P ; (c) R50-5P ;
Agrandissement au niveau des cycles pour les poutres (d) R50, (e) R50 – 3P et (f) R50 – 5P

A l'instar de la partie précédente, les points d'inflexion liés au matériel sont annotés en gris, les phénomènes étant les mêmes. En outre, pour les poutres R50-3P et R50-5P, les premiers échantillons

testés (Échantillon 1) ont subi un arrêt prématuré (indiqué en bleu) en raison d'un choix de gain²⁵ de force inapproprié. Ainsi, lorsque la limite de gain est atteinte, l'essai s'interrompt automatiquement.

Par ailleurs, pour les deux autres éprouvettes R50-5P, bien qu'une déformation très importante ait été observée, aucune rupture n'a eu lieu. L'essai a été interrompu juste avant d'atteindre la capacité maximale de la cellule de charge (50 kN) afin d'éviter tout dommage à l'équipement. La baisse de force observée autour de 50 kN ne correspond donc pas à une rupture, mais à un relâchement dû à l'arrêt prématuré de l'essai.

Du point de vue macroscopique, le comportement des éprouvettes R50-3P et 50-5P est semblable aux autres éprouvettes, présentées précédemment.

V.1.3. Comparaison entre densité de remplissage et épaisseur des parois

La Figure 155 compare les différents types de poutre en traçant un exemple de courbe pour chaque type d'échantillon, en ayant retiré les cycles.

Tous les types d'éprouvettes se sont fortement déformées, en particulier les éprouvettes R50-3P et R50-5P, pour lesquelles la traverse a enregistré un déplacement de plus de 25 mm, ce qui dépasse la hauteur initiale de l'échantillon d'environ 21,4 mm.

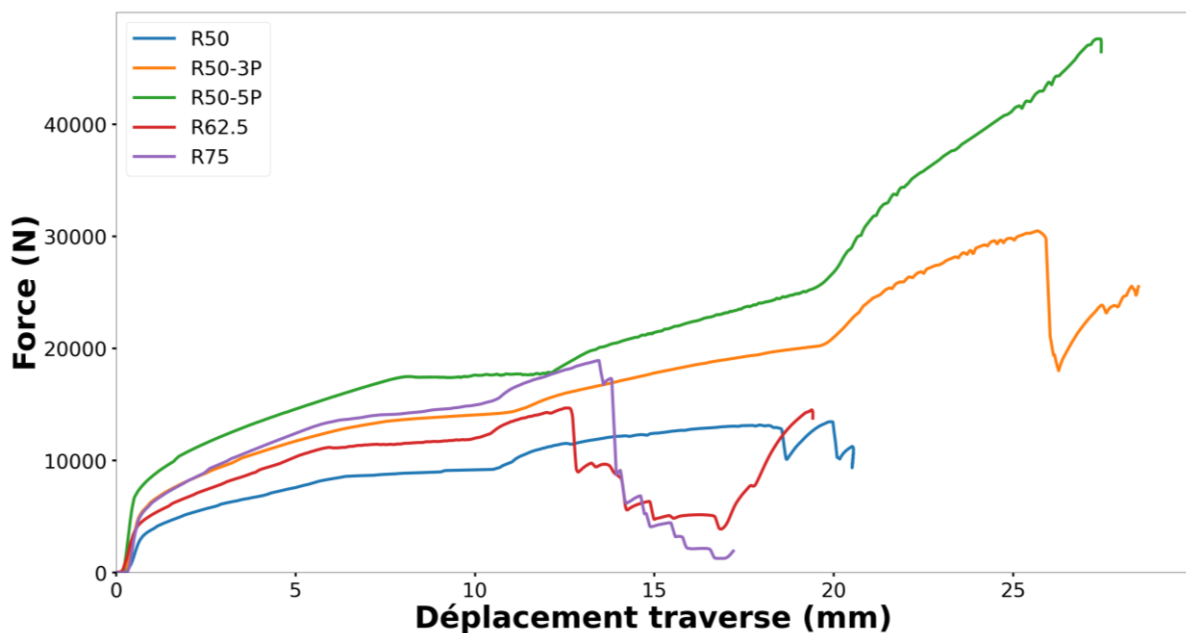


Figure 155 : Comparaison des courbes force-déplacement

À masse équivalente (échantillons R75 et R50-5P), la structure commence à se déformer plastiquement avec une force plus importante pour les échantillons R50-5P. De plus, une force supérieure à 50 kN est

²⁵ Lors des essais, il est nécessaire de sélectionner un gain, par exemple 3000 N/V. Cependant, la LabJack utilisée fonctionne avec une amplitude limitée à +/- 10V, ce qui correspond à une force maximale de 30 000 N avec ce gain. Un gain plus élevé, comme 5000 N/V correspondant à la capacité maximale de la machine, n'est pas forcément idéal, car il introduit davantage de bruit en réduisant la précision de la mesure.

nécessaire pour rompre les échantillons R50-5P, tandis que les échantillons R75 se rompent autour de 17,5 kN. Cela suggère que la répartition de la masse dans les échantillons R50-5P contribue à de meilleures propriétés mécaniques au sein de la structure. Par ailleurs, les éprouvettes R50-5P présentent un rétrécissement significatif de leur section centrale au fur et à mesure de l'essai, contrairement aux échantillons R75 dont la section est restée constante. Ce phénomène est particulièrement visible après l'essai, comme l'illustre la Figure 156. Les résultats montrent ainsi que les échantillons R50-5P, avec leur capacité à se déformer plastiquement sous une force plus élevée et leur meilleure répartition de masse, sont plus adaptés pour encaisser des charges. Leur comportement lors des essais, notamment le rétrécissement significatif de la section centrale sans rupture prématurée, indique qu'ils peuvent absorber et dissiper l'énergie plus efficacement.



Figure 156 : Apparence des échantillons après essai pour les poutres R75 (à gauche) et R50-5P (à droite)

Les raideurs des poutres, calculées lors des phases de décharge pour chaque type de poutre, sont présentées en Figure 157. On observe une tendance générale à l'augmentation de la raideur pour chaque type de poutre. Cette augmentation n'est cependant plus valable au-delà du cycle à 5000N pour les poutres R50, et au-delà du cycle à 5000N pour les poutres R50-3P, où un plateau se manifeste.

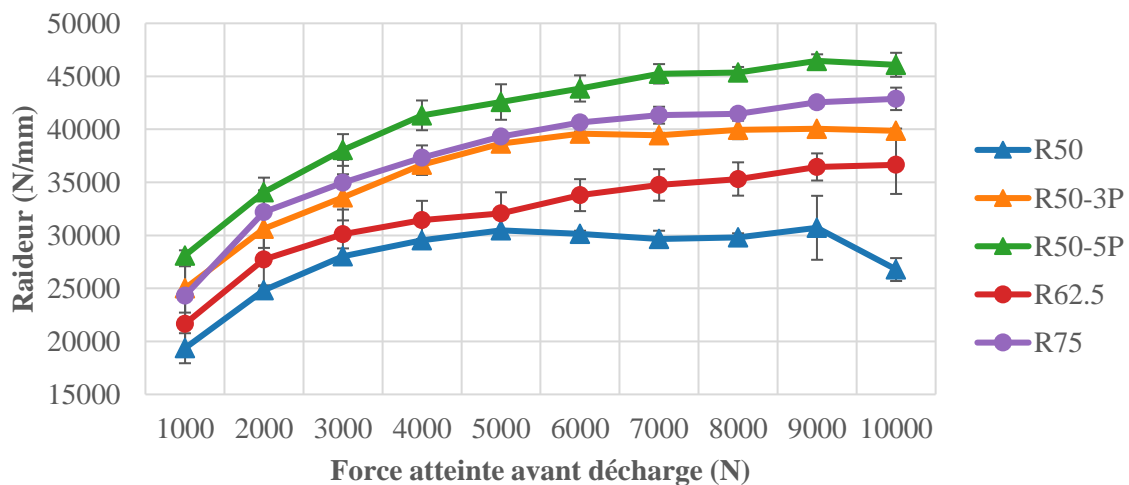


Figure 157 : Raideurs calculées à la décharge sur chaque cycle pour tous les type de poutre

L'augmentation progressive de la raideur laisse supposer que la montée en effort provoque une réorientation des poutrelles internes, accentuant les sollicitations en traction/compression au détriment de celles en flexion. Or, une structure de type poutre présente naturellement une rigidité supérieure en traction/compression qu'en flexion, ce qui explique l'augmentation globale de la raideur observée.

Les plateaux observés pourraient s'expliquer par le flambage des poutrelles ou par le début d'un processus d'endommagement de la structure. Ce dernier se traduirait par la formation de microfissures ou une dégradation des liaisons internes, limitant ainsi la capacité de rigidification supplémentaire et entraînant une stagnation de la raideur.

Les résultats montrent que, pour une masse identique (poutres R75 et R50-5P) ou similaire (poutres R62.5 et R50-3P), il est plus avantageux d'augmenter l'épaisseur du mur extérieur plutôt que la densité de remplissage, car un mur plus épais conduit à une raideur plus élevée.

La raideur dans la partie élastique est théoriquement liée linéairement au moment quadratique (voir l'équation 23). La Figure 158 illustre cette relation en prenant les raideurs calculées dans les cycles à 3000N et le moment quadratique moyen. La relation linéaire semble ainsi partiellement vérifiée.

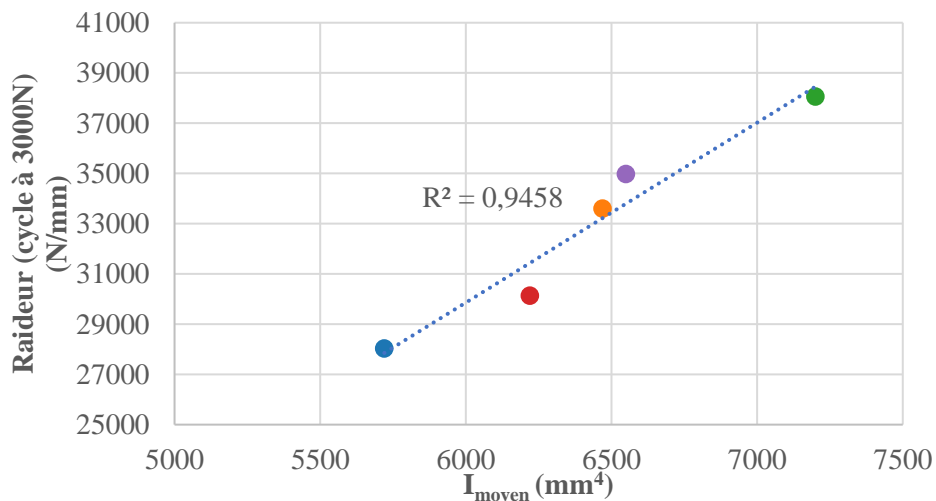


Figure 158 : Raideur prise sur les décharges à 3000N en fonction des moments quadratiques moyens

V.2. Évaluation des propriétés matériaux via le moment quadratique moyen

La Figure 159 présente les valeurs des modules d'élasticité et des limites élastiques à 0,2 %, évaluées à partir du moment quadratique moyen. Il semblerait que le module élastique et la limite d'élasticité augmentent avec la densité de remplissage, et pour une même densité, ces valeurs croissent également avec l'épaisseur des parois. Cependant, ces variations importantes des modules et des limites élastiques en fonction du type de poutre sont anormales. Théoriquement, l'utilisation des formules standards devrait permettre de déterminer les propriétés du **matériau** indépendamment de la structure, puisque toutes les poutres ont été frittées dans des conditions identiques. Il est donc peu probable que les propriétés intrinsèques du matériau varient de manière significative. De plus, les modules obtenus sont nettement inférieurs au module de Young mesuré lors des essais de traction, estimé à environ 180 GPa. Cela

suggère que la méthode utilisée, basée sur le moment quadratique moyen pour calculer la contrainte, n'est pas appropriée et/ou que la définition de la déformation choisie n'est pas adéquate.

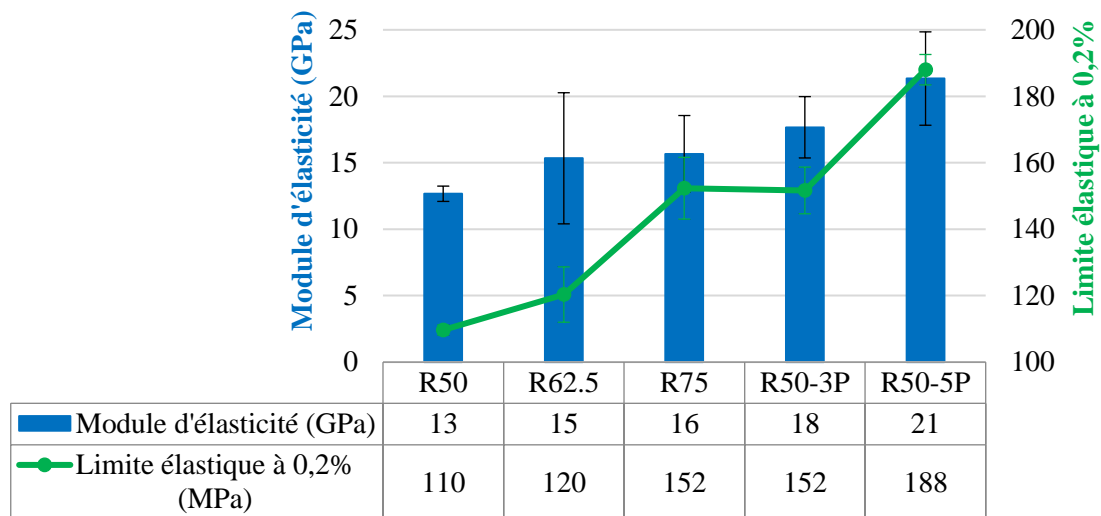


Figure 159 : Modules élastiques et limites élastiques à 0,2% mesurés grâce au moment quadratique moyen

VI. Essais de flexion : interprétations locales

VI.1. Lien entre les moments quadratiques et la rupture

Pour les poutres avec une seule paroi, l'apparition de la première fissure entraîne presque immédiatement la rupture complète de la structure, avec l'apparition successive d'autres fissures. En revanche, pour les poutres R50-5P, aucune éprouvette n'a atteint la rupture, malgré des déformations importantes. Concernant les poutres R50-3P, bien que plusieurs fissures aient été observées, celles-ci n'ont pas provoqué la défaillance immédiate de l'échantillon. La rupture finale a été causée par l'apparition d'une large fissure, résultant de la pression exercée par les bords de l'appareillage.

Dans le cadre des essais de flexion, un moment quadratique élevé se traduit par une plus grande résistance à la flexion et une déformation réduite sous l'effet de la charge. À l'inverse, les zones où le moment quadratique est le plus faible sont les plus vulnérables, et donc les plus susceptibles de céder en premier sous l'effet de la concentration des contraintes. Ainsi, afin de vérifier s'il existe un lien entre l'apparition des fissures et le moment quadratique local, les premières fissures ont été localisées sur les images (exemples sur la Figure 160 (a1), (b1) et (c1)). Cela a été rendu possible grâce à la synchronisation entre le moment de capture de l'image et le temps correspondant à la chute brutale de la force enregistrée pendant les essais. L'emplacement des fissures sur les éprouvettes a ensuite été identifié sur les modèles CAO non déformés (Figure 160 (a2), (b2) et (c2)) afin d'établir le moment quadratique associé (Figure 160 (a3), (b3) et (c3), où la variation du moment quadratique est donnée sur une seule période).

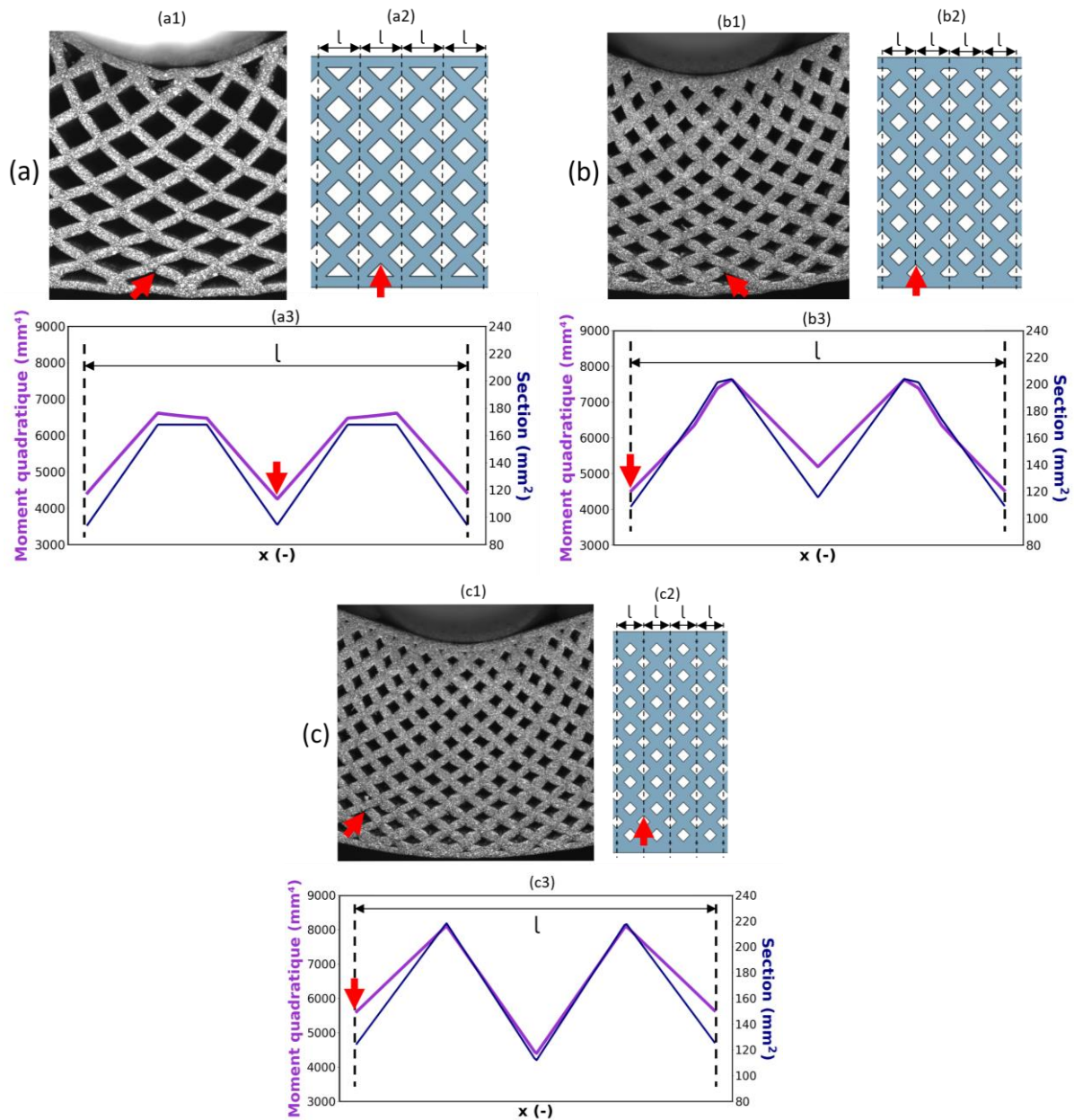


Figure 160 : Lien entre l'apparition de la première fissure (indiquée par une flèche rouge sur les images) et le moment quadratique correspondant, pour les poutres (a) R50 (b) R62.5 (c) R75

Pour les échantillons R50 et R62.5, les ruptures se sont produites dans les zones présentant des minima globaux de moment quadratique (Figure 160 (a) et (b)). En revanche, pour la poutre R75, les ruptures se sont faites au niveau d'un minimum local et non global (Figure 160 (c)). Cette analyse montre que la localisation des fissures est fortement influencée par le moment quadratique local. Une attention particulière doit donc être portée à ces zones de faiblesse structurelle lors de la conception, car elles représentent les points critiques en termes de résistance mécanique.

Pour les poutres R75, la localisation répétée des ruptures au même endroit pourrait indiquer un défaut d'impression ou une caractéristique structurelle particulière. En effet, les trois éprouvettes analysées ont

rompu exactement au même endroit à chaque fois, contrairement aux autres types d'éprouvettes, où l'amorçage de la première fissure s'est effectué à des endroits différents, mais toujours sous l'appui.

VI.2. Champs cinématiques

Cette section présente les résultats de l'analyse par CIN.

VI.2.1. Déformations

Concernant les déformations, une corrélation a été effectuée dans la partie linéaire de la courbe force-déplacement, tandis qu'une autre a été réalisée dans la zone plastique, à un déplacement de 3 mm.

VI.2.1.1. Résultats

La Figure 161, la Figure 162 et la Figure 163 présentent respectivement les résultats pour les poutres R50, R75 et R50-5P. Les résultats obtenus pour les poutres R62.5, similaires à ceux des poutres R75, ainsi que ceux des poutres R50-3P, comparables à ceux des R50-5P, sont reportés en annexe 5.

Chaque figure comprend : (a) la courbe force-déplacement, (b) une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm, (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe, et (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge et à l'état déformé de la poutre. L'image correspondant au point vert n'a pas été incluse, car le niveau de déformation observé est imperceptible à l'œil nu.

Pour l'ensemble des poutres, on observe une symétrie par rapport à l'axe y, particulièrement marquée dans la région plastique. De plus, des déformations locales plus importantes que celles des zones environnantes sont visibles au niveau des appuis inférieurs.

En outre, il est observé un décalage de la fibre neutre vers le haut, avec une expansion de la zone en traction au détriment de la région en compression. Dans le cas des poutres R50-5P (ainsi que des poutres R50-3P), la fibre neutre semble même disparaître.

Les déformations E_{xx} et E_{yy} présentent des ordres de grandeur similaires pour toutes les éprouvettes étudiées. En général, les déformations en traction en E_{xx} sont associées à des déformations en compression dans E_{yy} , et vice versa. Par ailleurs, bien que la structure soit soumise à un cisaillement, celui-ci demeure relativement faible par rapport à la rotation observée.

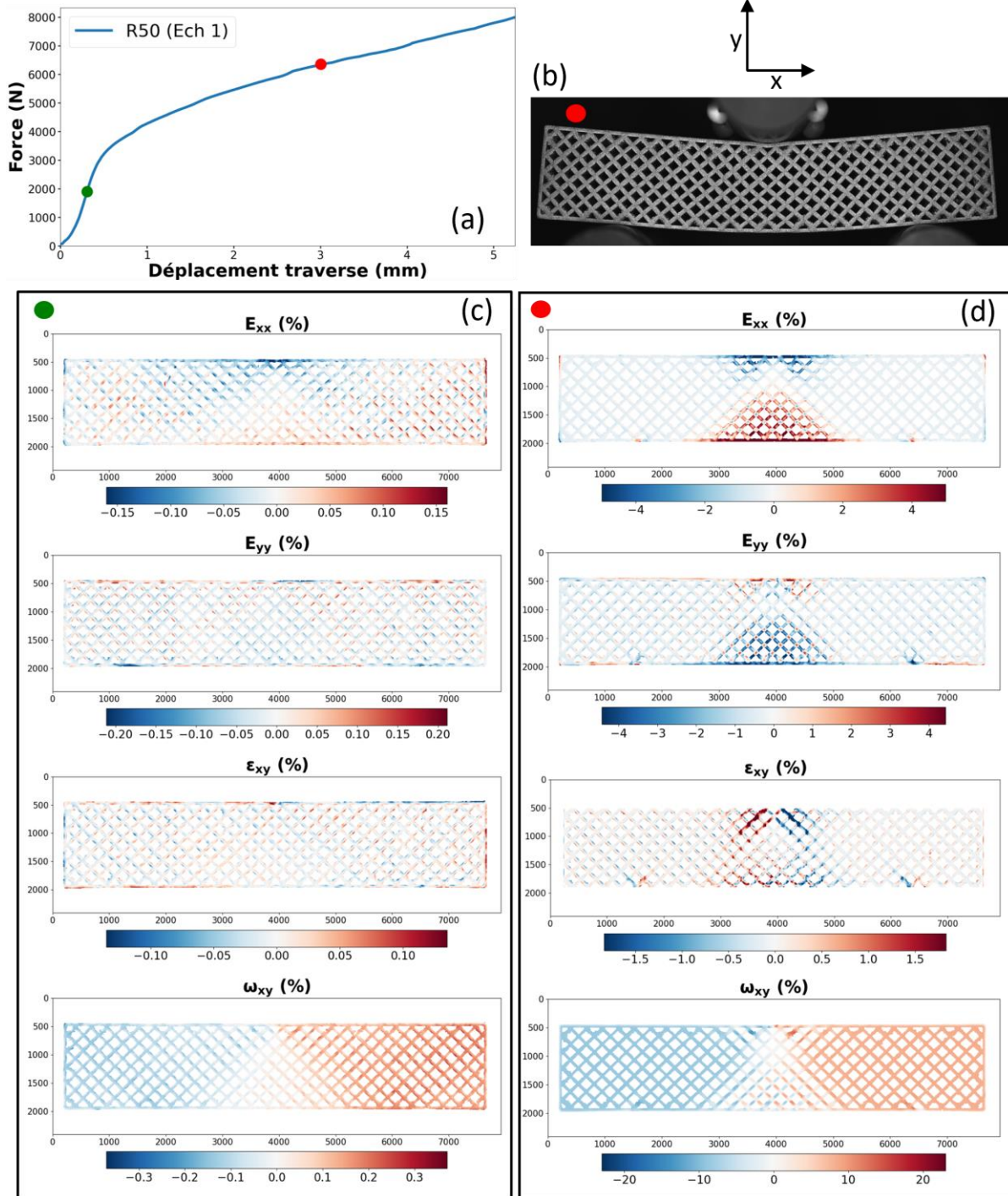


Figure 161 : Résultats de la CIN pour une poutre **R50** avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)

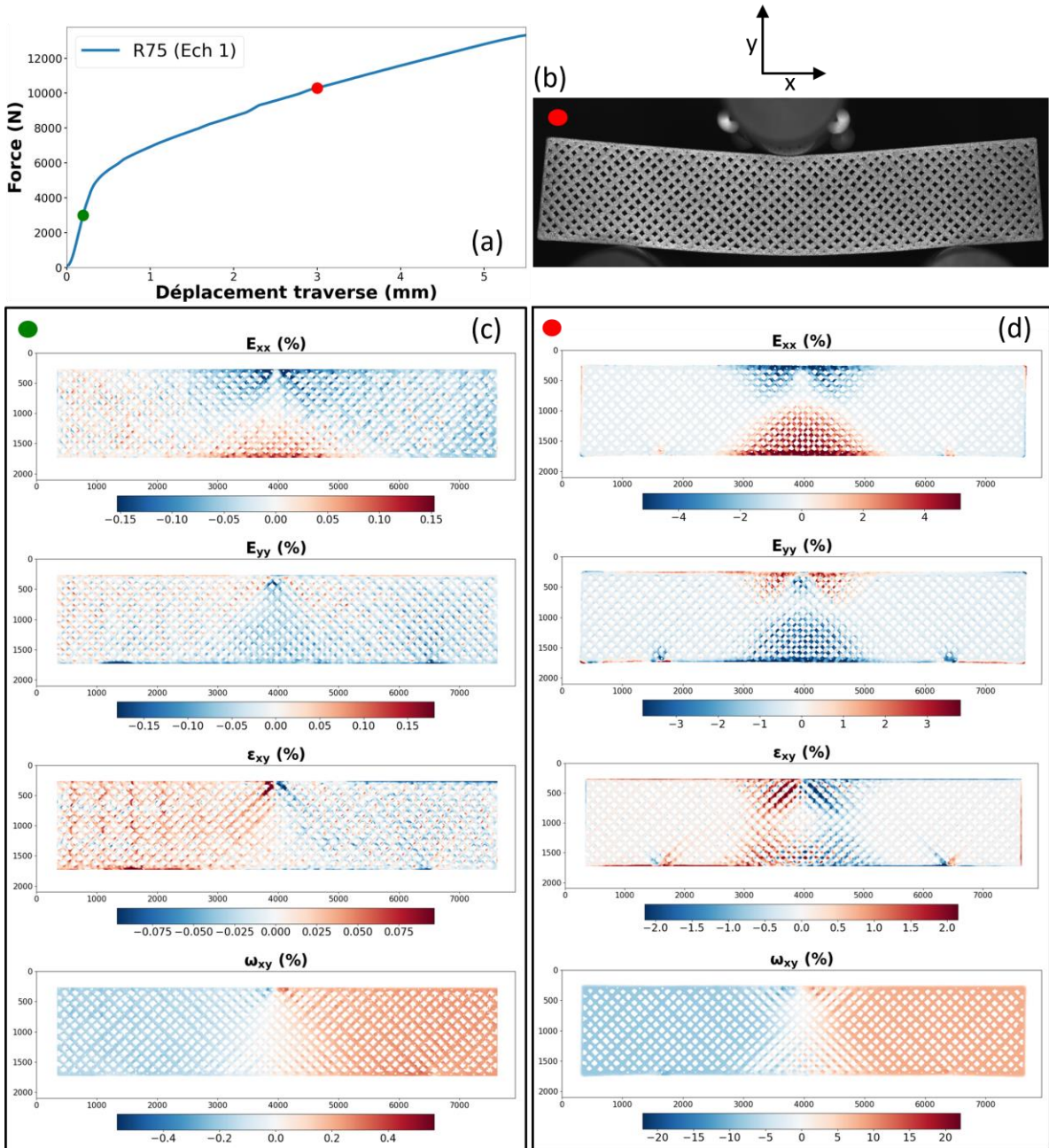


Figure 162 : Résultats de la CIN pour une poutre **R75** avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)

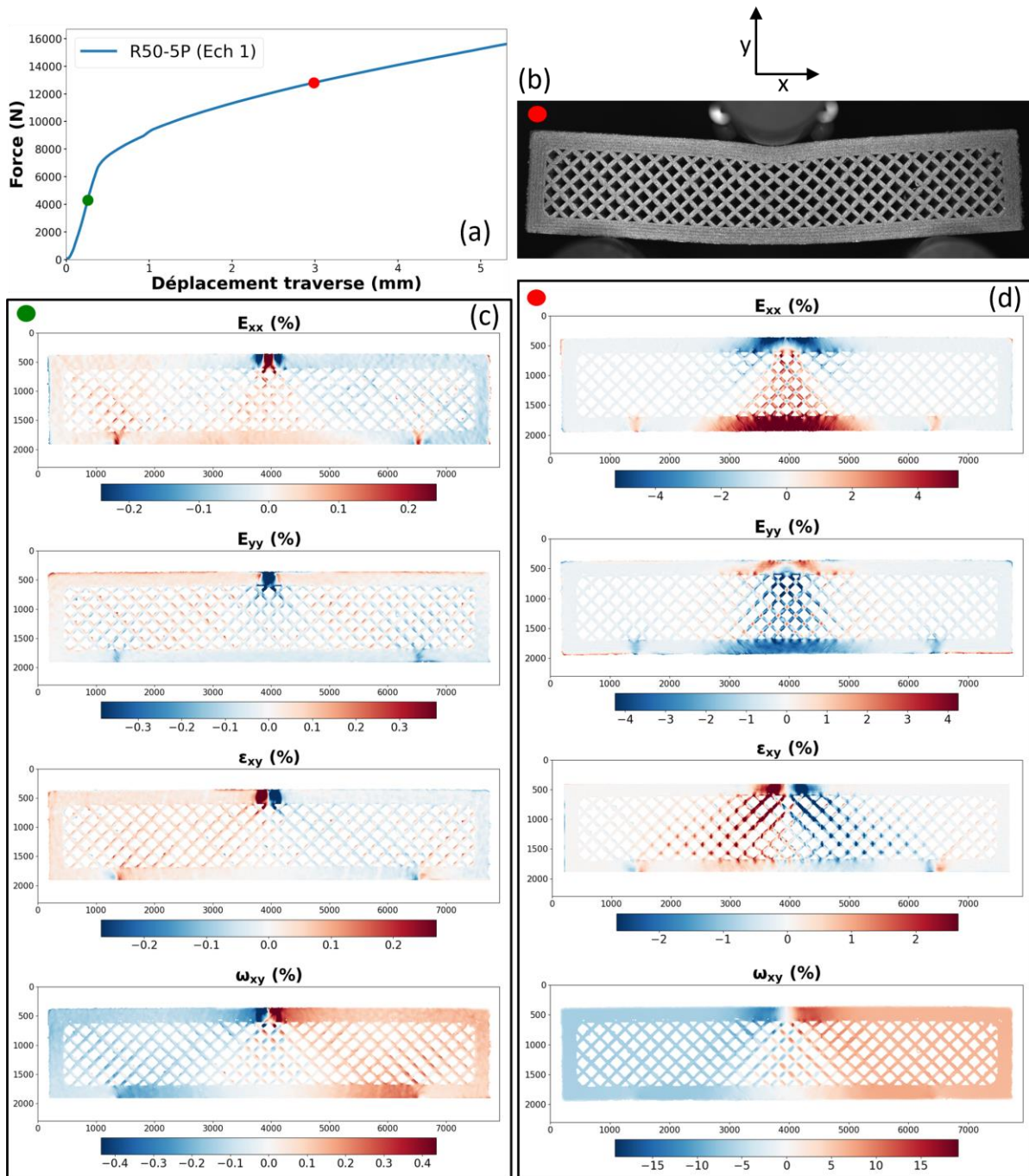


Figure 163 : Résultats de la CIN pour une poutre **R50-5P** avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)

Pour tous les types de poutres, les nœuds se déforment moins que les sections situées entre eux, que nous désignerons sous le terme de « poutrelles ». Par exemple, pour E_{xx} , dans la partie inférieure des poutres R75, les poutrelles sont soumises à une forte traction, tandis que les nœuds affichent une déformation proche de zéro (Figure 164 (a)). De plus, dans les poutres avec un remplissage à 50%, les nœuds sont légèrement comprimés (pour E_{xx}), tandis que les poutrelles subissent une traction, comme le montre l'agrandissement d'une poutre R50-5P (Figure 164 (b)).

De plus, pour les poutres R50-3P et R50-5P, le mur extérieur semble se déformer nettement plus que la structure interne, même proche du mur.

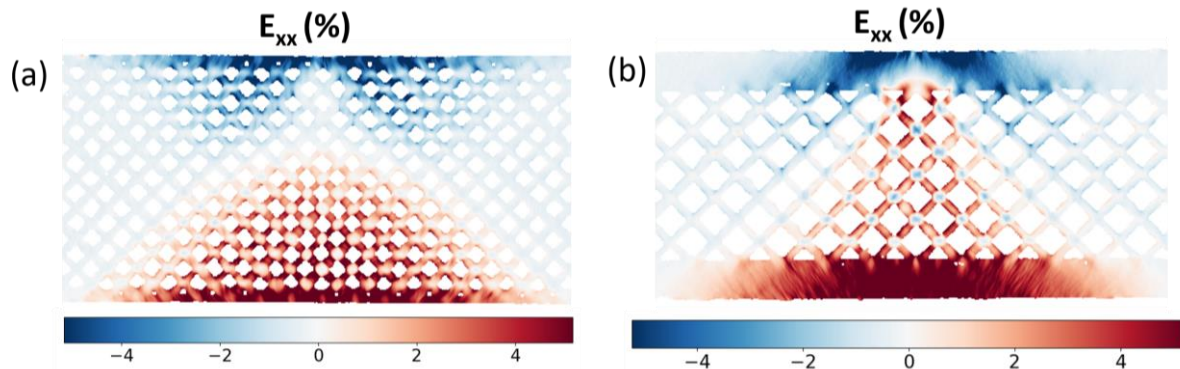


Figure 164 : Agrandissement des déformations E_{xx} pour la poutre (a) R50 et (b) R50-5P dans la partie plastique

VI.2.1.2. Discussion

La symétrie selon l'axe y permet de confirmer la validité des résultats obtenus par corrélation d'images. De plus, toutes les ruptures observées dans la partie VI.1 se sont produites dans les zones de forte traction (pour E_{xx}), à proximité des murs, où les déformations sont maximales.

La distribution des déformations présente des caractéristiques singulières, à la fois en ce qui concerne la localisation de la fibre neutre et la distribution des déformations.

Pour les poutres à paroi unique, la fibre neutre se décale localement vers le haut, indiquant un comportement fortement asymétrique. Dans la littérature, des décalages similaires de la fibre neutre en faveur de la traction sont documentés. L'étude de Ma *et al.* [254] montre, par exemple, que lorsqu'un étirement est appliqué pendant le processus de flexion, la fibre neutre se décale vers le centre de flexion, comme le montre la Figure 165 (b) - (d). La Figure 165 (a) déjà présentée précédemment, illustre le cas de la flexion pure d'un matériau avec écrouissage. Cependant, dans notre cas, puisqu'aucune sollicitation en traction supplémentaire n'est exercée sur l'éprouvette pendant la flexion, le décalage ou la disparition de la fibre neutre est probablement dû à la compressibilité de la structure. Ce décalage peut expliquer en partie les anomalies dans le calcul des propriétés élastiques, pour lesquelles on considère que la fibre neutre est au milieu de l'échantillon.

En outre, pour les poutres à plusieurs parois, la fibre neutre semble disparaître, laissant la zone de traction, largement prédominante, s'étendre dans la zone de compression. Ce phénomène montre que l'ensemble de la structure participe à la rigidité globale.

Enfin, les formes de la zone de traction et de compression est inhabituelle. Pour les poutres à paroi unique, la distribution des fibres en traction prend une forme triangulaire, bien que le sommet du triangle soit tronqué au niveau de la fibre neutre. De plus, il semble exister une zone de compression avec des déformations quasi nulles. Les déformations dans cette zone présentent une distribution triangulaire,

décalée par rapport au centre de la poutre, laissant une zone sans déformation, comme schématisé en Figure 166. Ces distributions singulières des déformations sont probablement liées, là encore, à la compressibilité de la structure

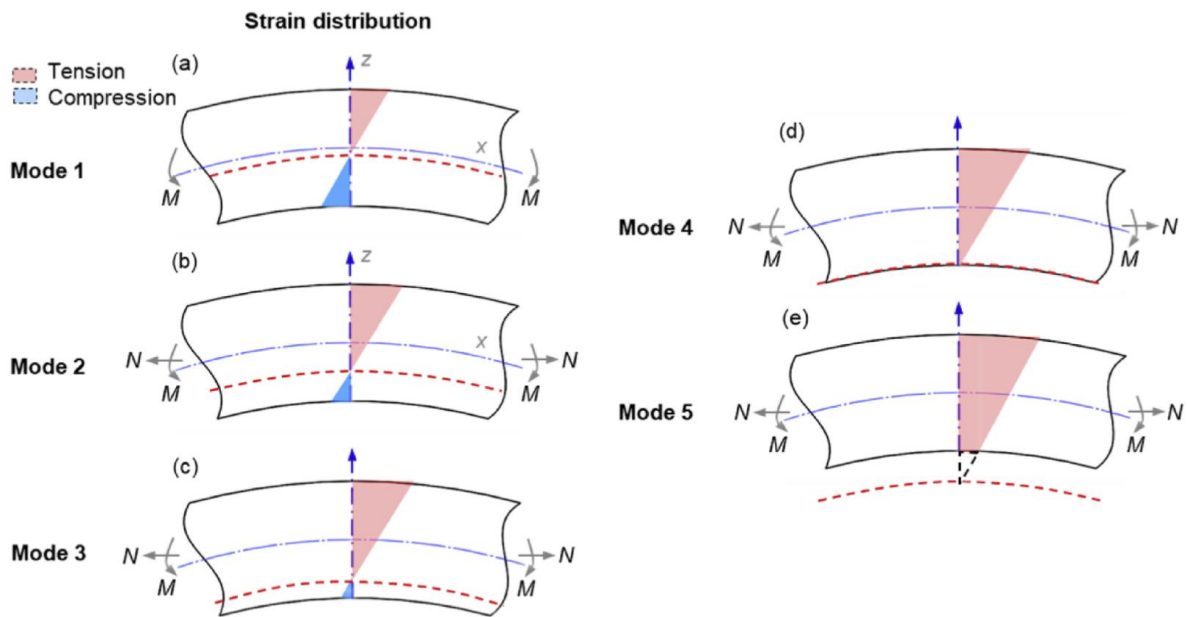


Figure 165 : Le mode 1 représente un cas de flexion pure, tandis que les modes 2 à 5 illustrent diverses distributions observées lors d'essais combinés de flexion et d'étirement. Ces modes sont classés en fonction de la position de la fibre neutre, mettant en lumière les différentes réponses mécaniques du profilé sous des charges variées.

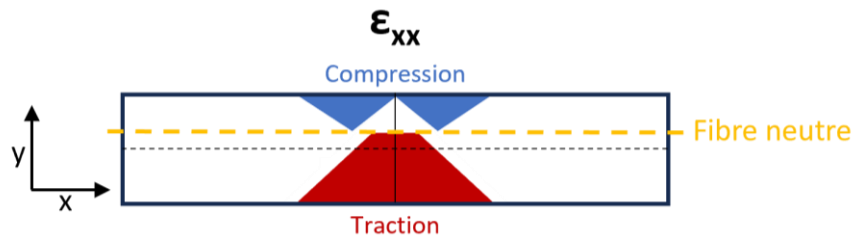


Figure 166 : Schématisation de la distribution des déformations pour les poutres avec une seule paroi

Concernant les déformations E_{xx} et E_{yy} , il est intéressant de noter qu'elles affichent des ordres de grandeur similaires pour toutes les éprouvettes analysées. Cependant, leur opposition — avec des déformations en traction pour E_{xx} et en compression pour E_{yy} , et inversement — est classique. En effet, dans un matériau comme l'acier, le coefficient de Poisson est positif, et la structure ne présente pas de caractéristiques auxétiques²⁶.

En outre, le cisaillement semble jouer un rôle non négligeable dans les mécanismes de déformation. Cela signifie que la *théorie d'Euler-Bernouilli*, qui permet de négliger le cisaillement, n'est pas adaptée dans le cadre de notre étude. Cela permet d'expliquer une fois de plus, les résultats incohérents dans le calcul des propriétés élastiques.

²⁶ Une structure auxétique est un matériau ou un dispositif qui présente une propriété unique de s'élargir dans toutes les directions lorsqu'il est étiré, contrairement aux matériaux conventionnels.

VI.2.2. Contraintes de Von Mises

Dans cette partie, seules les contraintes situées dans la partie linéaire de la courbe force-déplacement sont considérées, en étant calculées au même niveau de déformation que celui observé précédemment. Pour déterminer les contraintes de Von Mises, l'hypothèse des contraintes planes a été retenue, impliquant que les déformations dans la direction z sont négligeables, voire nulles. Cette hypothèse se justifie par l'observation de modes de rupture similaires le long de l'axe z. En effet, lorsqu'une fissure apparaît dans le plan x-y, tous les points situés le long de l'axe z semblent rompre simultanément. Cela suggère donc une influence négligeable des contraintes hors plan.

En contrainte plane, les contraintes dans les directions z et les contraintes de cisaillement associées (σ_{zz} , σ_{yz} et σ_{xz}) sont considérées comme nulles. Dans ce contexte, la *loi généralisée de Hooke* s'écrit sous la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{xy} \end{bmatrix} = \frac{E}{1 - \nu^2} \begin{bmatrix} 1 & \nu & 0 \\ \nu & 1 & 0 \\ 0 & 0 & (1 - \nu)/2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{bmatrix} \quad (\text{Équation 38})$$

Ainsi :

$$\sigma_{xx} = \frac{E}{1 - \nu^2} (\varepsilon_{xx} + \nu\varepsilon_{yy}) \quad (\text{Équation 39})$$

$$\sigma_{yy} = \frac{E}{1 - \nu^2} (\varepsilon_{yy} + \nu\varepsilon_{xx}) \quad (\text{Équation 40})$$

$$\sigma_{xy} = \frac{E}{2(1 + \nu)} \varepsilon_{xy} \quad (\text{Équation 41})$$

Pour les calculs des contraintes, un module de Young de 180 GPa (voir partie III.4) et un coefficient de Poisson de 0,3 ont été utilisés.

En outre, dans le cas de la déformation plane, la contrainte de Von Mises peut être calculée selon l'expression suivante :

$$\sigma_{VM} = \sqrt{\sigma_{xx}^2 + \sigma_{yy}^2 - \sigma_{xx}\sigma_{yy} + 3\sigma_{xy}^2} \quad (\text{Équation 42})$$

La Figure 167 illustre les contraintes de Von Mises pour trois types de poutres (R50, R75 et R50-5P), correspondant aux points spécifiques des courbes de force-déplacement (points verts respectivement sur la Figure 161 (a), la Figure 162 (a) et la Figure 163 (a)). La limite d'élasticité a été considérée égale à 150 MPa, cette dernière ayant été évaluée à 153 ± 5 MPa pour les échantillons frittés sous hydrogène (voir chapitre 3). Il faut noter toutefois que cette valeur correspond à la limite d'élasticité conventionnelle à 0,2% et donc la limite d'élasticité est ici légèrement surestimée. Les zones où les contraintes de Von Mises dépassent 150 MPa sont représentées en rouge.

Pour l'ensemble des poutres étudiées (R50, R50-5P et R75), les contraintes de Von Mises dépassent localement la limite d'élasticité de 150 MPa, en particulier à proximité des appuis. Ces zones, influencées par des effets de concentration dus à la nature du contact, génèrent des singularités

mécaniques. Cependant, ces observations doivent être nuancées au regard du principe de Saint-Venant, qui stipule que les résultats ne sont pas fiables à proximité immédiate des appuis. Toutefois, des zones éloignées des appuis semblent également présenter une plastification locale.

Malgré ces dépassements localisés, la courbe force-déplacement à l'échelle macroscopique reste linéaire. Ce comportement suggère que les régions où les contraintes excèdent la limite d'élasticité demeurent confinées, sans altérer l'intégrité structurelle globale de la poutre. Ainsi, bien que le dépassement de la limite d'élasticité marque le début de la plasticité, ces dépassements localisés, confinés à des régions spécifiques, n'entraînent pas une plasticité généralisée ni des déformations irréversibles à l'échelle de la structure.

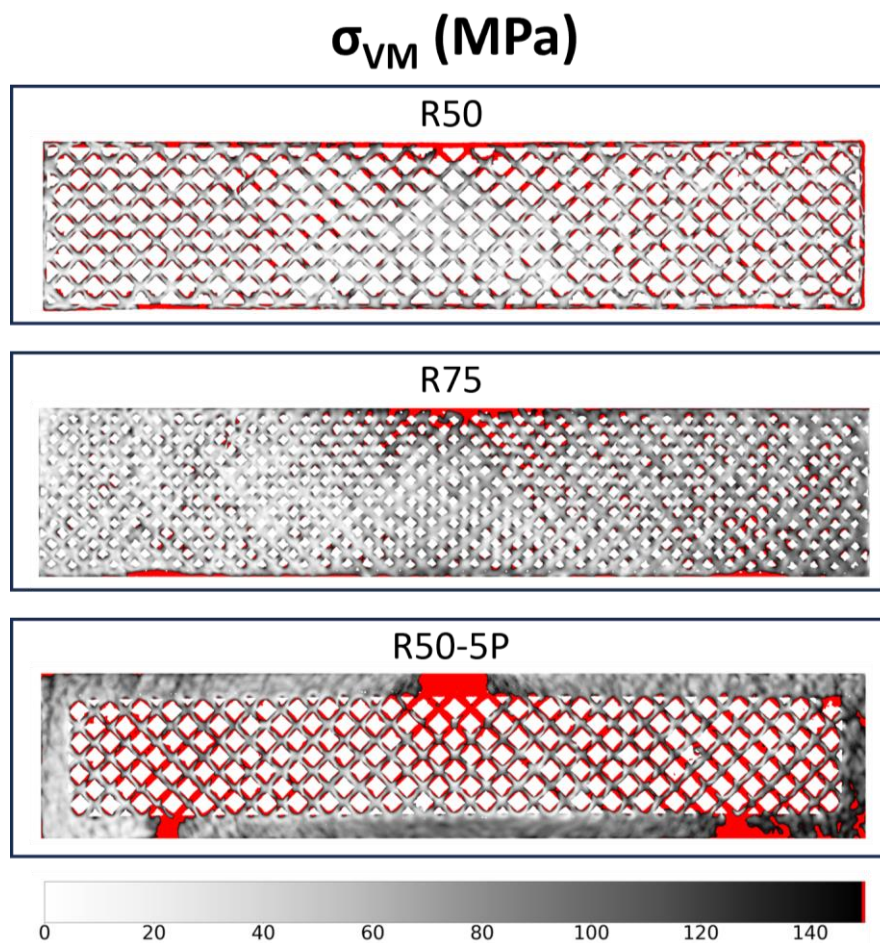


Figure 167 : Contraintes de Von Mises pour les poutres R50, R75 et R50-5P

VII. Synthèse

Ce chapitre a exploré l'influence de paramètres structuraux sur les performances mécaniques de pièces allégées fabriquées par procédé MIM-like. À travers l'analyse de la densité de remplissage et du nombre de parois, cette étude a révélé l'impact crucial de ces paramètres sur les propriétés mécaniques des structures. Les essais de flexion ont été privilégiés pour leur capacité à combiner simultanément des analyses de traction et de compression, tout en intégrant la répartition de la matière, offrant ainsi une

vue plus détaillée des phénomènes mécaniques par rapport aux essais classiques de traction ou de compression.

Les résultats montrent que la répartition de la matière au sein des structures joue un rôle essentiel dans leur résistance mécanique. En particulier, l'augmentation de la densité de remplissage a entraîné une amélioration des propriétés mécaniques, bien que l'ajout de parois externes ait eu un effet encore plus prononcé sur la rigidité et la résistance globale des structures. Cela confirme l'importance d'une répartition optimale de la matière, non seulement en termes de densité, mais également en fonction de la disposition des parois.

L'étude a mis en évidence que l'utilisation du moment quadratique moyen dans le calcul des propriétés mécaniques intrinsèques du matériau n'est pas adapté, bien qu'ils permettent de prédire une certaine raideur. Cependant, il convient de s'assurer que cette limitation ne provient pas d'autres facteurs, tels que la définition ou l'évaluation de la déformation. En revanche, cette approche a mis en lumière le lien entre les moments quadratiques locaux et l'apparition des premières fissures, montrant que les zones où le moment quadratique est minimal sont particulièrement vulnérables à la rupture. Ces résultats montrent ainsi l'importance de prendre en compte les variations locales du moment quadratique lors de la conception de structures allégées, car elles déterminent la distribution des contraintes et influencent fortement les points de défaillance potentiels.

Une conclusion majeure de ce travail est que les hypothèses classiques, comme celles d'Euler-Bernoulli, qui supposent une flexion pure et négligent les effets de cisaillement, ne sont plus valables pour des structures aussi complexes que celles étudiées ici. En effet, les déformations observées par CIN montrent que le cisaillement et l'étirement localisé jouent un rôle non négligeable dans le comportement mécanique des poutres imprimées.

Cependant, il convient de préciser que dans le cas de la flexion 3 points, les zones directement comparables à la théorie classique sont limitées. Conformément au principe de Saint-Venant, seules les régions suffisamment éloignées des points d'appui et des zones de sollicitation peuvent être assimilées à un état de flexion pure. Par conséquent, les comparaisons effectuées dans les zones proches des appuis ou des sollicitations doivent être interprétées avec prudence, car ces régions sont fortement influencées par des effets locaux, tels que les contraintes de cisaillement et les déformations transversales.

La présence de déplacements asymétriques de la fibre neutre et de comportements complexes dans la répartition des contraintes suggère que des modèles plus avancés, tels que la *théorie de Timoshenko*, qui prend en compte les effets de cisaillement et de déformation transversale, seraient plus appropriés pour prédire les performances de ces structures. En outre, il serait nécessaire de développer des modèles analytiques et numériques prenant en compte les difficultés liées aux structures treillis compressibles.

En conclusion, les travaux de ce chapitre fournissent des lignes directrices précieuses pour la conception et l'optimisation des structures fabriquées par impression 3D métallique. Les résultats obtenus indiquent

que, pour concevoir des pièces allégées et performantes, il est indispensable de prendre en compte à la fois la densité de remplissage, l'épaisseur des parois et la répartition des moments quadratiques dans la structure.

Conclusion générale et perspectives

Cette thèse s'inscrit dans une démarche d'optimisation des procédés de fabrication additive métallique appliquée à l'acier inoxydable 316L. Le projet s'est concentré sur deux volets principaux : le développement d'une stratégie de frittage économique et l'étude de la performance mécanique de structures allégées imprimées en 3D. Les résultats obtenus ouvrent de nouvelles perspectives dans le domaine de la fabrication additive, tant au niveau de l'optimisation des paramètres de frittage que du comportement mécanique des pièces.

L'un des objectifs principaux de cette thèse était de développer une stratégie de frittage économiquement viable, permettant l'utilisation de fours de laboratoire plutôt que des équipements industriels onéreux, tout en maintenant des propriétés mécaniques satisfaisantes pour l'acier inoxydable 316L. À cet effet, plusieurs atmosphères de frittage ont été étudiées : l'argon, l'azote, un mélange d'azote et d'hydrogène (9:1) appelé RH5, et le vide primaire. Le but était de trouver une alternative à l'hydrogène pur, qui nécessite des infrastructures coûteuses de protection. Les résultats, en particulier avec le frittage sous vide, sont prometteurs, démontrant la faisabilité d'utiliser des équipements plus abordables tout en atteignant des performances proches de celles des procédés industriels.

L'utilisation d'un four tubulaire de laboratoire, solution la plus abordable sur le marché, a conduit à des problèmes d'oxydation et de déformations lors de l'utilisation d'argon ou d'azote, principalement en raison de la présence d'oxygène dans ces gaz. Pour surmonter ces obstacles, une méthode de confinement des pièces a été mise en place, permettant d'obtenir des résultats satisfaisants en termes d'état de surface et de contrôle des déformations. Cependant, cette méthode a engendré un enrichissement en carbone, sauf dans le cas du frittage sous vide. En outre, parmi les gaz étudiés, le RH5 est le seul à avoir permis la production de pièces non oxydées sans nécessiter de protection supplémentaire, grâce à l'action de l'hydrogène qui réduit les oxydes.

Le Tableau 31 présente un résumé des microstructures obtenues sous les différentes conditions de frittage ayant permis de produire des pièces viables. Il propose également une classification des propriétés mécaniques, selon une échelle allant de 1 (valeur la plus haute) à 4 (valeur la plus faible). Lorsque des résultats similaires sont observés, deux conditions peuvent recevoir la même note. Il est important de préciser que, hormis pour la résistance à la corrosion, cette classification n'a pas vocation à porter un jugement de valeur, mais doit être interprétée à la lumière des exigences spécifiques du cahier des charges.

Tableau 31 : Résumé des microstructures (A = Austénite, F = Ferrite, σ = Phase sigma, PA = Perlite Azotée) et classification des conditions de frittage de 1 : la valeur la plus haute à 4 : la valeur la plus basse pour une propriété donnée

	Hydrogène	Vide	Argon	Azote	RH5	
	Conditions industrielles	Confiné	Confiné	Confiné	Confiné	Non confiné
Microstructure	A (+ traces F et σ)	A (+ traces F et σ)	A (+ traces F et σ)	A + PA	A + PA	A (+ PA en surface)
Densité	1	1	2	3	3	2
Rigidité	2	1	3	3	3	3
Limite d'élasticité	4	4	3	2	2	1
Résistance à la rupture	1	1	3	3	3	2
Allongement à rupture	1	1	2	4	4	3
Résistance à la corrosion	1	2	3	4	4	-

Les résultats révèlent que les microstructures des pièces frittées en atmosphère contrôlée sont fortement influencées par les conditions de frittage, notamment dans la formation des phases et la porosité. En conditions industrielles, dans un four à cornue sous hydrogène avec des pièces non confinées, les microstructures obtenues sont austénitiques, avec des traces de ferrite et de phase sigma lors d'un refroidissement lent, ou majoritairement austénitiques avec une proportion significative de ferrite en cas de refroidissement rapide. L'utilisation de l'argon ou du vide dans le cadre d'un frittage économique a conduit à des microstructures similaires, caractérisées par une matrice austénitique avec des traces de ferrite et de phase sigma. Cependant, les travaux menés dans cette thèse ont démontré que ces deux phases peuvent être éliminées, si nécessaire, par l'application d'un palier d'austénitisation post-frittage.

L'utilisation de l'azote, associée à un taux de carbone élevé, a modifié les microstructures, passant d'une structure principalement austénitique à une combinaison d'austénite et de perlite azotée. Bien que cette atmosphère permette de doubler la limite d'élasticité des pièces, rendant cette approche intéressante pour certaines applications d'ingénierie, elle compromet leur résistance à la corrosion. Ainsi, lorsque le cahier des charges impose à la fois une haute limite d'élasticité et une excellente résistance à la corrosion, il serait plus approprié de se tourner vers des aciers inoxydables martensitiques, comme le 17-4 PH, mieux adaptés à ces exigences. Par ailleurs, l'utilisation d'azote, pur ou en mélange avec l'hydrogène, que les pièces soient confinées ou non, a entraîné une réduction de la densité des pièces. Ce phénomène s'explique par la formation de nitrures de chrome, qui perturbent la diffusion atomique et entravent la densification complète des pièces.

Parmi toutes les options étudiées, le vide primaire est l'atmosphère qui a donné les résultats les plus probants, si l'on cherche à garder l'intégrité de la matière, à savoir une microstructure principalement austénitique et un taux de carbone en-deçà de 0,03% massique. Le vide primaire en frittage économique donne des propriétés quasiment identiques aux propriétés obtenues sous hydrogène en condition industrielle, à l'exception de la résistance à la corrosion qui est légèrement dégradée dans le cas de

l'utilisation du vide. Dans les deux cas, les propriétés mécaniques en traction des pièces respectent les exigences des normes applicables aux pièces injectées.

Le frittage sous argon en environnement confiné n'a pas donné des résultats optimaux, principalement en raison d'un enrichissement excessif en carbone, ce qui a entraîné une résistance à la corrosion insuffisante, des propriétés mécaniques intermédiaires et une faible densité des pièces. Pour pallier ces limitations, il serait pertinent d'explorer l'effet d'un mélange d'argon et d'hydrogène dans un environnement non confiné. Cette approche pourrait permettre de résoudre simultanément le problème d'oxydation et d'éviter l'enrichissement en carbone.

Au global, les performances mécaniques obtenues avec le procédé MIM-like à base de granulés se sont avérées comparables à celles observées pour les procédés FFFm et conformes aux normes requises pour le procédé MIM. Cela valide pleinement la stratégie développée dans le cadre du projet FabricAr3v et démontre qu'il est possible de produire des pièces métalliques performantes avec un investissement initial bien inférieur à 30 k€. De plus, au regard des propriétés mécaniques, les cycles thermiques utilisés dans l'industrie pour le MIM semblent bien adaptés à la technologie MIM-like, puisqu'aucune modification significative des performances n'a été observée lors de leur ajustement.

Au-delà des aspects purement métallurgiques, une autre dimension clé de cette recherche a été l'étude du comportement mécanique de pièces allégées, conçues pour maximiser le rapport résistance/poids. En s'appuyant sur des essais de flexion et une analyse par corrélation d'images numériques (CIN), les travaux ont mis en évidence l'importance de la répartition de la matière au sein des structures. Il a été démontré que la densité de remplissage, le nombre de parois, ainsi que la distribution des moments quadratiques locaux sont des paramètres cruciaux pour la résistance mécanique des pièces. Pour un même encombrement et une même masse, il a été démontré, dans le cas de la flexion, qu'il est préférable de privilégier une faible densité de remplissage associée à un mur extérieur épais, plutôt qu'un remplissage élevé avec un mur fin. Cette configuration permet non seulement d'obtenir une raideur et une contrainte à la rupture plus élevées, mais également une meilleure capacité d'absorption d'énergie. Ces résultats fournissent ainsi des lignes directrices importantes pour la conception de pièces légères imprimées en 3D.

Les travaux menés dans cette thèse ouvrent de nombreuses perspectives pour les recherches futures. Concernant l'acier inoxydable 316L, la résistance à la corrosion demeure un enjeu crucial. Il serait donc pertinent de poursuivre l'étude de cette propriété avec des tests de corrosion plus approfondis. Ces essais permettraient non seulement de confirmer les résultats obtenus au cours de cette thèse, mais également d'apporter des analyses à une échelle plus locale. Par ailleurs, des études microstructurales plus détaillées sont nécessaires, notamment pour cartographier les carbures et autres constituants susceptibles de contribuer à la dégradation de la résistance à la corrosion des échantillons frittés sous vide. Une analyse par EBSD serait également recommandée pour vérifier l'élimination complète des phases

indésirables, telles que la ferrite et la phase sigma. En parallèle, il serait judicieux de développer des traitements post-frittage, comme des revêtements protecteurs ou des hypertrempe, afin d'améliorer la durabilité des pièces dans des environnements corrosifs.

Il est également crucial de poursuivre les recherches sur les structures en treillis dans le cadre des procédés MEAM. Pour améliorer les stratégies de fabrication et d'allègement, il est indispensable de développer des modèles analytiques et numériques capables de prendre en compte les défis spécifiques liés aux structures compressibles présentant des profils de déformation complexes. De plus, l'impression de pièces aux géométries plus complexes constitue une piste de recherche nécessaire. Si la production de pièces en 2D est relativement maîtrisée, la fabrication de pièces véritablement tridimensionnelles présente des défis supplémentaires, non seulement lors de l'impression, mais aussi durant le frittage, notamment en raison des déformations et affaissements causés par les hautes températures.

Par ailleurs, l'étude du retrait dimensionnel après frittage est un facteur critique pour garantir la précision des pièces fabriquées par les procédés MIM-like. L'optimisation des tolérances dimensionnelles et du retrait est un aspect incontournable pour assurer la qualité des pièces finales, en lien direct avec les exigences des applications industrielles. Une meilleure maîtrise de ces paramètres permettrait d'améliorer la reproductibilité, ce qui est essentiel pour l'intégration de ces technologies dans des environnements industriels.

Ces avancées ouvrent la voie à une nouvelle génération de procédés de fabrication additive métallique, alliant performance mécanique, accessibilité économique et durabilité, positionnant ainsi cette technologie comme un acteur clé dans la transition industrielle vers des pratiques plus écoresponsables et innovantes.

Annexes

Annexe 1 : Mécanismes d'initiation de la perlite azotée

Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer l'initiation de la précipitation discontinue (germination), parmi lesquels les modèles les plus connus sont les suivants [181] :

- Le modèle de Tu et Turnbull, dans lequel la formation du précipité entraîne le déplacement de la limite de grain,
- Le modèle de Fournelle et Clark, qui suggère que le mouvement de la limite du grain, sous l'influence des forces internes, est à l'origine de la précipitation.

1. Mécanisme de Tu et Turnbull (1967) :

Tu et Turnbull décrivent la précipitation discontinue en expliquant que la frontière de précipitation se déplace sous forme de « poches » ou « gonflements », comme illustré sur la Figure 168. Ce phénomène serait causé par un déséquilibre des tensions interfaciales aux limites des grains, où une particule de précipité (phase β) se forme. La croissance de cette particule est influencée par l'orientation cristallographique des grains voisins, entraînant une migration de la limite de grain pour remplacer l'interface à haute énergie par une interface à plus basse énergie. Ce déplacement permet à la particule de s'incorporer dans un grain tandis que l'autre est progressivement absorbé. Ce processus se répète, conduisant à la formation de plusieurs précipités parallèles, et aboutit à la création de cellules de précipitation. Ce mécanisme dépend fortement de l'orientation des grains et des précipités, ce qui influence la façon dont la phase précipitée se développe le long de la limite de grain [175, 265].

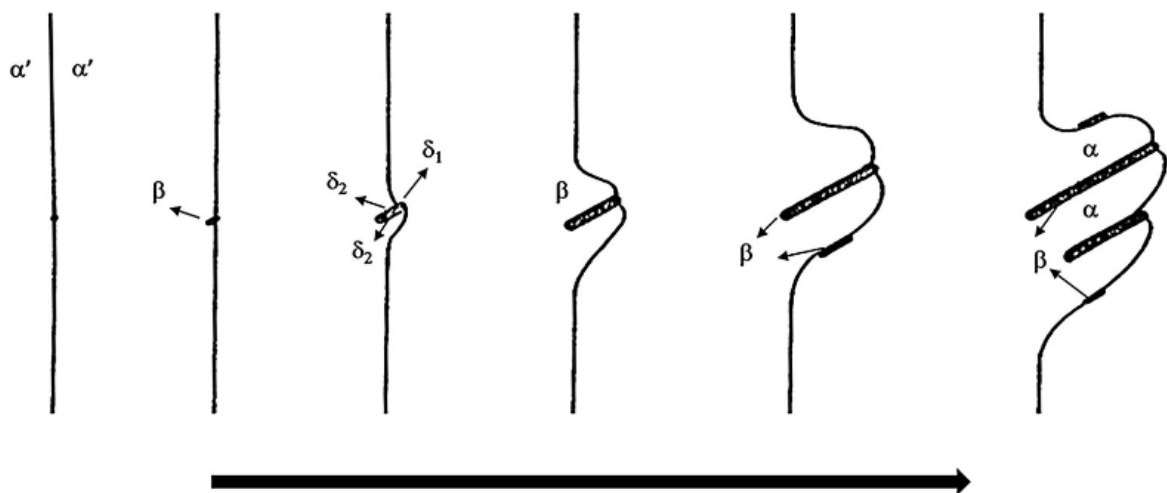


Figure 168 : Mécanisme d'amorçage de la précipitation discontinue selon Tu et Turnbull [265]

2. Mécanisme de Fournelle et Clark (1974) :

Le modèle proposé par Fournelle et Clark est une approche différente pour expliquer la précipitation discontinue. Ce mécanisme repose davantage sur une description cinétique de la précipitation car celle-ci se produirait sur une frontière de grains déjà en mouvement (Figure 169). Selon cette théorie, la précipitation discontinue se produit en raison d'une compétition entre la diffusion des éléments à travers la matrice et la nucléation d'une nouvelle phase au niveau des joints de grains. Ils expliquent que la précipitation discontinue est favorisée par une diffusion rapide le long des joints de grains, ce qui entraîne une croissance préférentielle de la nouvelle phase à ces emplacements [175].

Dans leur modèle, la précipitation discontinue est également influencée par la température, les contraintes internes et la chimie locale de l'alliage, mais ils insistent sur le rôle essentiel de la diffusion le long des joints de grains comme principal facteur.

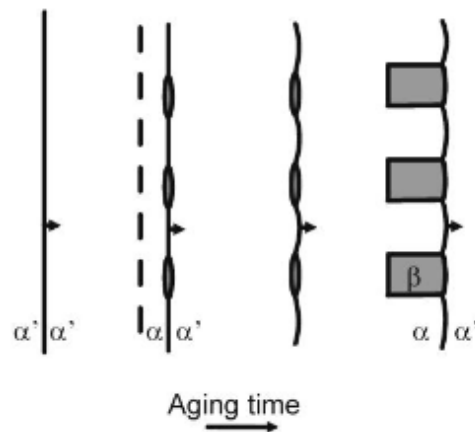


Figure 169 : Mécanisme d'amorçage de la précipitation discontinue selon Fournelle et Clark [175]

Annexe 2 : Protocole appliqué pour évaluer le taux de ferrite

Le taux de ferrite a été calculé à l'aide du logiciel *imageJ* sur des images prises au microscope numérique, au grossissement x1000. Le protocole appliqué a été le suivant (Figure 170) :

- Process → **Find edges** : permet d'obtenir les contours.
- Process → Binary → **Make binary** : permet d'obtenir une image binaire en noir et blanc.
- Les particules en trop, telles que les porosités ou encore les tâches, ont ensuite été retirées à la main afin de n'avoir que la ferrite.
- Analyze → **Analyze particles** : permet de trouver les particules, de les compter et de calculer leurs aires.

Seules les particules dont la taille est supérieure à $20 \mu\text{m}^2$ ont été incluses dans l'analyse, car il est difficile de déterminer avec certitude si une particule est de la ferrite ou non lorsqu'elle est plus petite. En outre, la phase sigma n'a pas été différenciée de la phase ferrite. Cette approche comporte des incertitudes car elle repose sur le jugement de l'utilisateur. Cependant, en effectuant le protocole sur trois images distinctes pour chaque configuration et gaz, les possibles erreurs ont pu être minimisées.



Figure 170 : Protocole pour compter les grains de ferrite

Annexe 3 : Difficultés rencontrées dans les essais de traction

Plusieurs difficultés ont été rencontrées lors des essais de traction, impactant de manière variable les propriétés mécaniques étudiées. Comme expliqué dans le chapitre 3, l'un des problèmes concernait les éprouvettes injectées, dont beaucoup présentaient des manques de matière. Cela a eu un impact sur les résistances mécaniques à rupture et les allongements à rupture, comme illustré à la Figure 171. Chaque point vert représente une éprouvette « saine » (sans défaut détecté par radiographie), tandis que les points rouges correspondent aux éprouvettes présentant des défauts radiographiques. En conséquence, les éprouvettes mal injectées ont été exclues des résultats.

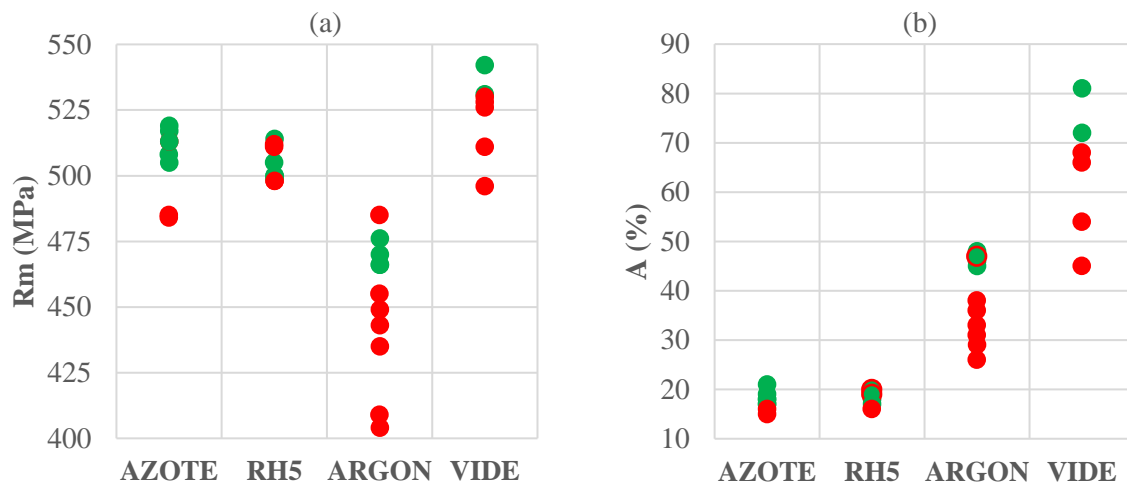


Figure 171 : Impact des défauts d'injection sur (a) la résistance à la rupture et (b) l'allongement à la rupture. Points verts : éprouvettes saines ; points rouges : éprouvettes présentant des défauts d'injection

Un autre problème a été l'enlèvement prématuré de l'extensomètre lors des premiers essais, rendant la mesure de la limite à 0,2 % inaccessible.

De plus, des dysfonctionnements récurrents liés à l'électronique ancienne de la machine, ou à la Labjack utilisée, ont perturbé les essais :

- Un problème de capteur de fin de course, qui se déclenchait sans raison apparente et menant à des arrêts prématurés.
- La machine passait parfois en mode compression durant l'essai, écrasant ainsi l'éprouvette et la rendant inexploitable (Figure 172). Ce problème a été résolu après plusieurs essais, la cause étant un câble défectueux reliant la Labjack à la machine. Ce câble, en mauvais état, provoquait des erreurs dans les consignes envoyées à la machine.

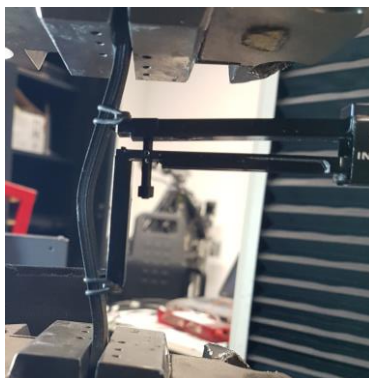


Figure 172 : Epreuve comprimée à cause d'un problème électronique

Enfin, un obstacle rencontré lors de la mesure du module de Young provient de l'utilisation d'un creuset non adapté. Au départ, le creuset inférieur était un modèle industriel, tandis que le creuset supérieur avait été imprimé en zircone et fritté au CRITT (Figure 173 (a)). Cependant, le creuset imprimé, relativement fin, s'est déformé au cours des essais de frittage. Par conséquent, les éprouvettes frittées dans ce creuset imprimé n'étaient pas parfaitement planes, ce qui a affecté les valeurs mesurées du module de Young. La Figure 173 (b) montre en effet une variation anormale des modules de Young pour les échantillons frittés dans ce creuset.

Cependant, les essais de traction du chapitre 3 ont pu être analysés par corrélation d'images numériques (CIN), grâce à la réalisation d'un mouchetis sur les éprouvettes et à des prises d'images régulières. Cette analyse a été effectuée à l'aide de la fonction DICVE²⁷ du module Crappy de Python et de la méthode Lucas-Kanade. DICVE permet de réaliser la CIN en utilisant un algorithme basé sur le calcul de la variation d'énergie (VE), une approche qui suit la déformation à l'échelle des pixels. Les résultats obtenus par CIN ont permis, d'une part, de valider ou invalider les modules mesurés avec l'extensomètre et, d'autre part, de comprendre l'origine des valeurs aberrantes. En effet, la corrélation a également montré des résultats aberrants pour les éprouvettes frittées dans le creuset imprimé, mais opposés à ceux fournis par l'extensomètre (par exemple, pour une même éprouvette, l'extensomètre a donné une valeur de 112 GPa, tandis que la corrélation a indiqué un module de 203 GPa dans le cas le plus extrême). Ainsi, les résultats présentant des écarts significatifs entre les mesures obtenues par l'extensomètre et par la corrélation ont été écartés.

La corrélation d'images n'a pas été mentionnée dans le corps du manuscrit, car elle a uniquement servi à valider ou invalider les valeurs du module de Young obtenues avec l'extensomètre.

²⁷ https://github.com/LaboratoireMecaniqueLille/crappy/tree/master/examples/blocks/dic_ve

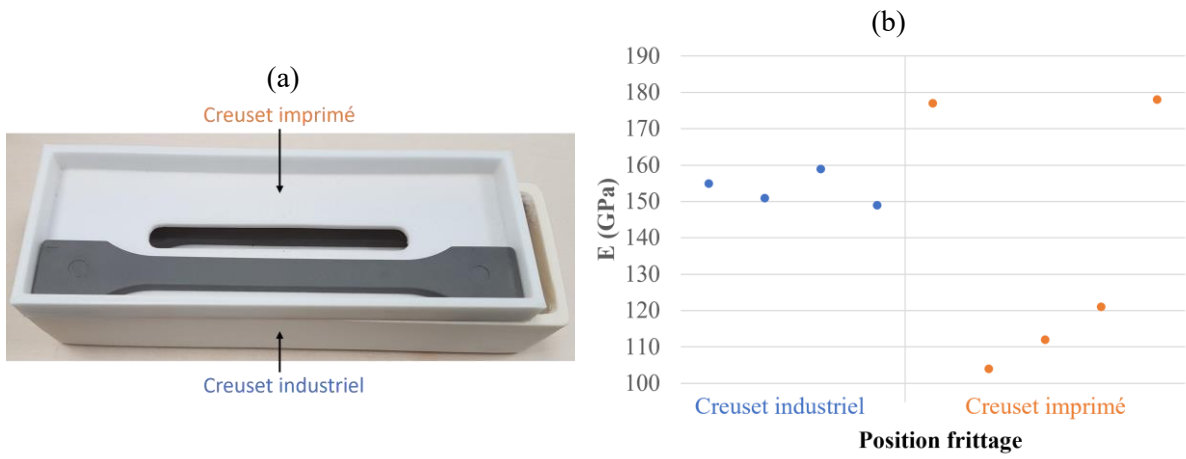


Figure 173 : Différences dans les modules de Young entre les éprouvettes frittées dans le creuset industriel et le creuset imprimé

Annexe 4 : Paramètres utilisés pour la corrélation d'images numériques

Les paramètres de la fonction DISOpticalFlow dans OpenCV sont utilisés pour affiner le calcul du flot optique dense en ajustant la précision et la performance des résultats. Voici les paramètres utilisés dans le chapitre 4, ainsi qu'une justification pour la valeur choisie :

1. DIS.setPatchSize(8) :

- **Explication** : Le paramètre *PatchSize* définit la taille des patches sur lesquels le flot optique est calculé.
- **Justification** : Ici, une taille de patch de 8 est relativement petite, ce qui favorise un calcul précis des mouvements fins ou complexes. C'est un bon compromis entre précision et performance pour des mouvements modérés.

2. DIS.setPatchStride(1) :

- **Explication** : Le *PatchStride* détermine la distance entre les centres des patches voisins. Une valeur de 1 signifie que les patches sont adjacents et non espacés.
- **Justification** : Un *stride* de 1 permet de capturer les plus petits détails de l'image, car chaque patch couvre une nouvelle région sans omission. Cela peut améliorer la précision de l'analyse, notamment dans les zones à forte variabilité, mais augmente également la charge de calcul en raison du plus grand nombre de patches à traiter. Bien que cela entraîne une convolution, celle-ci n'a pas d'impact de par l'utilisation du *variational refinement*.

3. DIS.setFinestScale(0) :

- **Explication** : Ce paramètre spécifie la plus petite échelle pour les calculs du flot optique. Une valeur de 0 signifie que le calcul est effectué à la pleine résolution de l'image.
- **Justification** : Le choix de 0 pour *FinestScale* permet un calcul du flot optique à la résolution maximale, garantissant que même les plus petits mouvements sont détectés.

4. DIS.setVariationalRefinementAlpha(60) :

- **Explication** : Le paramètre α contrôle le poids du terme de régularisation pour le lissage spatial du flot optique.
- **Justification** : Un α élevé (60) donne plus de poids à la régularisation, ce qui permet d'obtenir un flot plus lisse et réduit le bruit dans les résultats, utile dans des situations où un flot stable est préférable, malgré de petits mouvements irréguliers.

5. **DIS.setVariationalRefinementGamma(0) :**

- **Explication** : γ contrôle le poids de la régularisation pour les gradients temporels du flot optique.
- **Justification** : Ici, un gamma de 0 signifie que le terme de régularisation temporelle est désactivé afin de se focaliser sur le flot spatial sans considération temporelle. En effet, lorsque l'éclairage est constant entre deux images, le gradient d'intensité ne varie pas, ce qui permet de négliger E_G en prenant $\gamma = 0$.

6. **DIS.setVariationalRefinementDelta(1) :**

- **Explication** : δ contrôle le poids de la régularisation pour le terme d'énergie image dans l'équation du flot optique.
- **Justification** : Un delta de 1 représente un compromis standard entre rigidité et flexibilité dans le modèle de calcul du flot. Il permet de limiter les grandes variations de divergence tout en autorisant une certaine souplesse.

7. **DIS.setVariationalRefinementEpsilon(0.01) :**

- **Explication** : Le paramètre ε régule la transition entre la norme L1, qui est robuste face aux discontinuités, et la norme L2, plus sensible aux variations globales et au bruit, dans la fonction de pénalisation robuste. Avec $\varepsilon = 0.01$, la pénalisation adopte un comportement proche de L2 pour les petites erreurs, tout en assurant une transition douce vers L1, qui réduit l'impact des grandes erreurs. Cette approche permet de mieux préserver les discontinuités locales, comme les fissures ou les concentrations de contraintes, sans nécessiter de connaissance préalable sur les zones de rupture.
- **Justification** : En fixant $\varepsilon = 0.01$ la régularisation favorise un bon compromis entre la précision des petites variations et la préservation des discontinuités locales. Cela est particulièrement utile lorsque des détails fins, comme des petites déformations locales ou des changements subtils dans le champ de déplacement, doivent être capturés tout en évitant que le modèle ne soit trop sensible aux variations brutales ou aux valeurs aberrantes. Cela s'avère particulièrement adapté à l'analyse de fortes localisations, où ces discontinuités sont plus fréquentes et où l'utilisation exclusive de la norme L2 aurait tendance à lisser excessivement les détails importants.

8. **DIS.setVariationalRefinementIterations(50) :**

- **Explication** : Ce paramètre définit le nombre d'itérations pour l'algorithme de raffinement variationnel. Plus d'itérations permettent une convergence plus précise du flot optique.

- **Justification** : 50 itérations garantissent un bon équilibre entre la précision du flot optique et le temps de calcul. Plus d'itérations peuvent améliorer la précision, mais augmentent aussi le temps de calcul.

En plus de ces paramètres, il est important de souligner l'utilisation d'une limite, appelée 'clim' (pour *color limits*), dans la visualisation des déformations et des contraintes afin d'améliorer la perception des variations. Cette limite définit la plage des valeurs représentées sur l'échelle de couleurs, ce qui signifie que les couleurs extrêmes ne correspondent pas nécessairement aux valeurs minimales ou maximales calculées. Au-delà d'un certain seuil, toutes les valeurs supérieures ou inférieures sont représentées par la couleur extrême correspondante. Cette limite a été fixée en définissant une plage de 3 écarts types autour de la moyenne, ce qui, dans le cas d'une distribution gaussienne, permet de capturer 99,7 % des données.

Annexe 5 : Résultats de la corrélation pour les poutres R62.5 et R50-3P

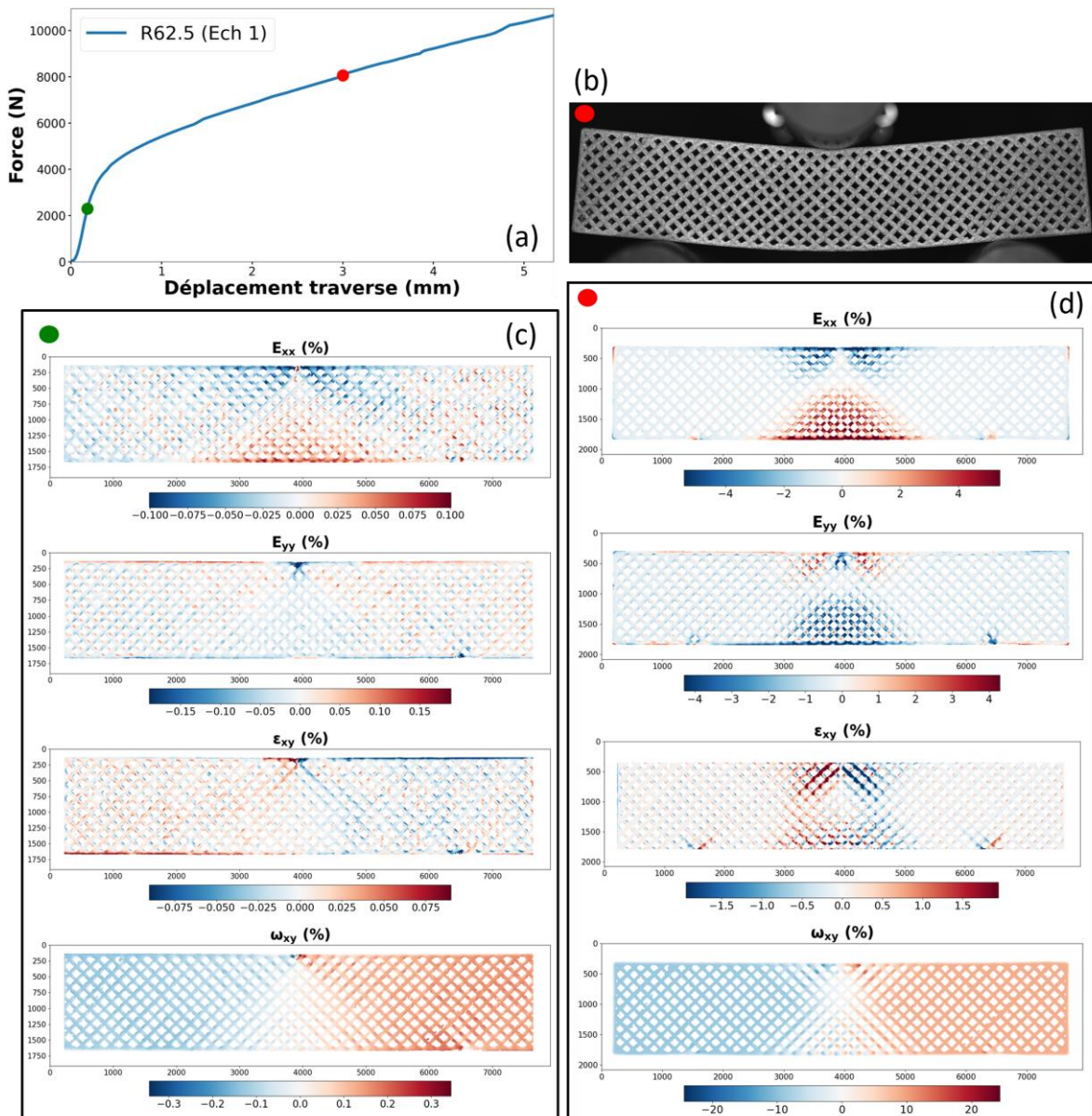


Figure 174 : Résultats de la CIN pour une poutre **R62.5** avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)

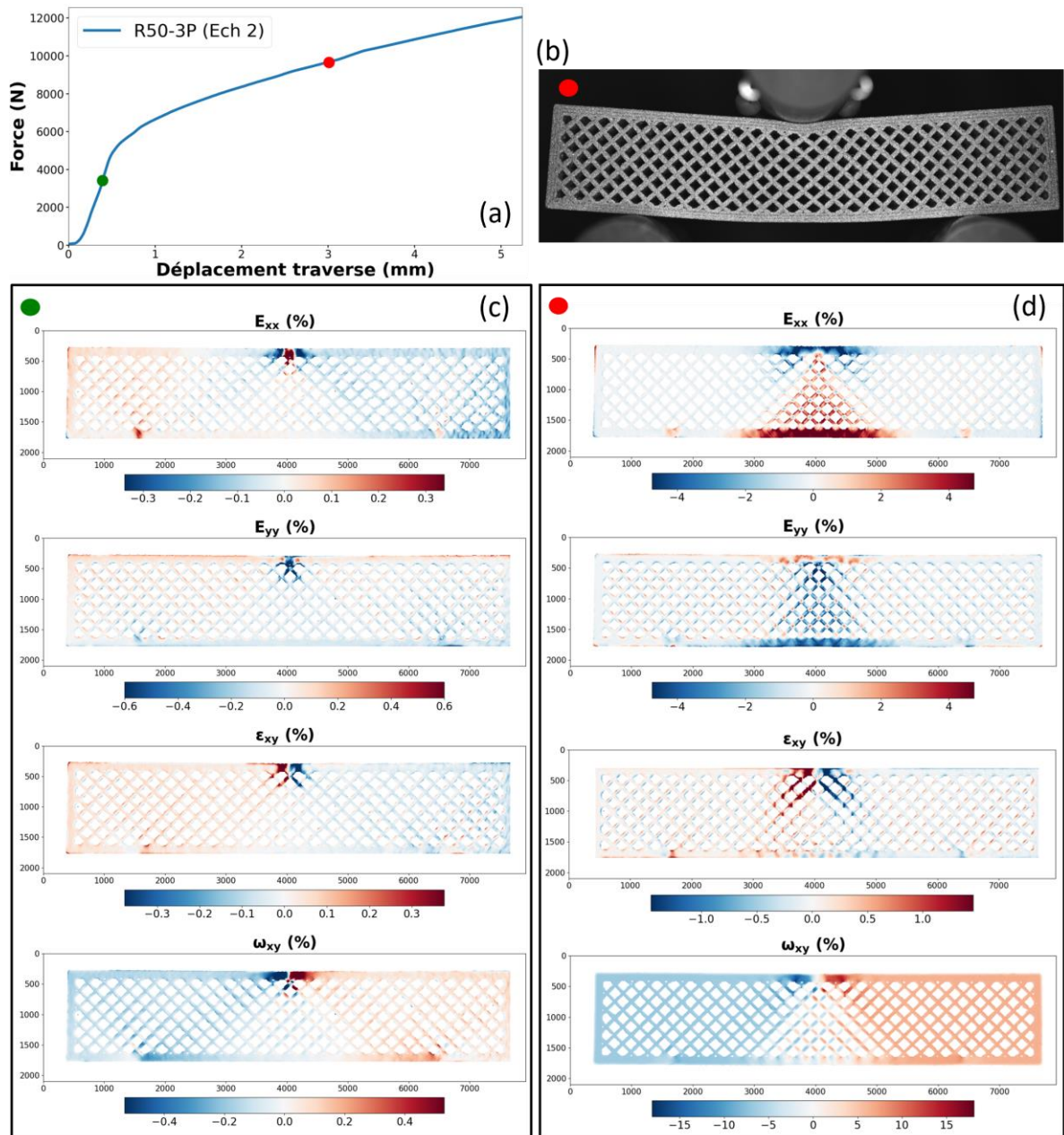


Figure 175 : Résultats de la CIN pour une poutre **R50-3P** avec (a) Courbe force-déplacement ; (b) Une image de la poutre déformée à un déplacement de 3 mm (c) les résultats de la CIN dans la région élastique correspondant au point vert de la courbe (a) ; (d) les résultats de la CIN dans la région plastique correspondant au point rouge de la courbe (a) à l'état déformé de la poutre (b)

Références

1. Martin, V. (2023). *Fabrication additive de matériaux magnétiques doux par voie indirecte* (Thèse de Doctorat). Centrale Lille.
2. Martin, V., Witz, J.-F., Gillon, F., Najjar, D., Quaegebeur, P., Benabou, A., ... Auzene, D. (2022). Low cost 3D printing of metals using filled polymer pellets. *HardwareX*, *11*, e00292. <https://doi.org/10.1016/j.ohx.2022.e00292>
3. Thibaux, P. (2001). *Comportement mécanique d'un acier C-Mn lors du laminage intercritique*. (Thèse de Doctorat). École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
4. Boucard, É. (2018). *Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone* (Thèse de Doctorat). Université de Lorraine.
5. Norme NF EN 10088 – 1 : Aciers inoxydables. (2014).
6. Siri, C., Popa, I., Vion, A., Langlade, C., & Chevalier, S. (2020). Impact of Selective Laser Melting Additive Manufacturing on the High Temperature Behavior of AISI 316L Austenitic Stainless Steel. *Oxidation of Metals*, *94*(5–6), 527–548. <https://doi.org/10.1007/s11085-020-10005-8>
7. What is sensitization in austenitic stainless steel? (2023). *Newzel*. Retrieved from <https://newzelindustries.com/what-is-sensitization-in-austenitic-stainless-steel/>
8. Acier inoxydable. (n.d.). In *Wikipédia*. Retrieved from https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Acier_inoxydable&oldid=212723535
9. Cunat, P.-J. (2000). Aciers inoxydables - Critères de choix et structure. *Étude et propriétés des métaux*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m4540>
10. Aziz Chniouel. (2019). *Etude de l'élaboration de l'acier inoxydable 316L par fusion laser sélective sur lit de poudre : influence des paramètres du procédé, des caractéristiques de la poudre, et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques* (Thèse de Doctorat). Université Paris Saclay.
11. Singh, R., & Singh, B. J. (2021). *Effect of carbide precipitation on 316l austenitic stainless steel welded joints* (Shekhar.). Notion Press.
12. D'Andrea, D. (2023). Additive Manufacturing of AISI 316L Stainless Steel: A Review. *Metals*, *13*(8), 1370. <https://doi.org/10.3390/met13081370>
13. Chen, X., Yang, L., Dai, H., & Shi, S. (2020). Exploring factors controlling pre-corrosion fatigue of 316L austenitic stainless steel in hydrofluoric acid. *Engineering Failure Analysis*, *113*, 104556. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2020.104556>
14. Pavkov, V., Bakic, G., Maksimovic, V., Cvijovic-Alagic, I., Bucevac, D., & Matovic, B. (2023). Novel basalt-stainless steel composite materials with improved fracture toughness. *Science of Sintering*, *55*(2), 145–158. <https://doi.org/10.2298/SOS220429002P>
15. Zaffora, A., Di Franco, F., & Santamaria, M. (2021). Corrosion of stainless steel in food and pharmaceutical industry. *Current Opinion in Electrochemistry*, *29*, 100760. <https://doi.org/10.1016/j.coelec.2021.100760>
16. Lodhi, M. J. K., Deen, K. M., Greenlee-Wacker, M. C., & Haider, W. (2019). Additively manufactured 316L stainless steel with improved corrosion resistance and biological response for biomedical applications. *Additive Manufacturing*, *27*, 8–19. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.02.005>
17. Dudek, A., & Włodarczyk, R. (2013). Effect of sintering atmosphere on properties of porous stainless steel for biomedical applications. *Materials Science and Engineering: C*, *33*(1), 434–439. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2012.09.010>

18. Laskowska, D., Bałasz, B., Kaczorowski, W., Grabarczyk, J., Svobodova, L., Szatkiewicz, T., & Mitura, K. (2022). The DLC Coating on 316L Stainless Steel Stochastic Voronoi Tessellation Structures Obtained by Binder Jetting Additive Manufacturing for Potential Biomedical Applications. *Coatings*, *12*(10), 1373. <https://doi.org/10.3390/coatings12101373>
19. Dewidar, M. (2012). Influence of processing parameters and sintering atmosphere on the mechanical properties and microstructure of porous 316L stainless steel for possible hard-tissue applications. *International Journal of Mechanical & Mechatronics Engineering*, *12*(01), 15.
20. Jung, G.-S., Park, Y.-H., Kim, D.-J., & Lim, C.-S. (2019). Study on Corrosion Properties of Additive Manufactured 316L Stainless Steel and Alloy 625 in Seawater. *Corrosion Science and Technology*, *18*(6), 258–266. <https://doi.org/10.14773/CST.2019.18.6.258>
21. Kaestner, P., Michler, T., Weidner, H., Rie, K.-T., & Bräuer, G. (2008). Plasma nitrided austenitic stainless steels for automotive hydrogen applications. *Surface and Coatings Technology*, *203*(5–7), 897–900. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.08.024>
22. Karl, A., & Beamer, C. (2016). Applications and Design of Low Temperature Surface Hardened Stainless Steel Components in Automotive Applications. *SAE International Journal of Materials and Manufacturing*, *9*(3), 679–684. <https://doi.org/10.4271/2016-01-0425>
23. B09 Committee. (2024). Specification for Metal Injection Molded (MIM) Materials. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/B0883-19>
24. Maisonneuve, M. (2020). *Effet de transitoires oxygénés sur l'oxydation et la corrosion sous contrainte d'un acier inoxydable 316L écroui en milieu primaire des réacteurs à eau sous pression*. Université Paris sciences et lettres.
25. Sourmail, T. (2001). Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology*, *17*(1), 1–14. <https://doi.org/10.1179/026708301101508972>
26. Pohl, M., Storz, O., & Glogowski, T. (2007). Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel. *Materials Characterization*, *58*(1), 65–71. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.03.015>
27. Weiss, B., & Stickler, R. (1972). Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel. *Metallurgical Transactions*, *3*(4), 851–866. <https://doi.org/10.1007/BF02647659>
28. Wang, F., You, S., Jiang, D., Yuan, X., Fu, R., & Ning, F. (2023). Microstructure evolution, phase formation, corrosion, and mechanical properties of stainless steel fabricated by extrusion-based sintering-assisted additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, *75*, 103746. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2023.103746>
29. Dadfar, M., Fathi, M. H., Karimzadeh, F., Dadfar, M. R., & Saatchi, A. (2007). Effect of TIG welding on corrosion behavior of 316L stainless steel. *Materials Letters*, *61*(11–12), 2343–2346. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.09.008>
30. Carminati, M., Quarto, M., D'Urso, G., Giardini, C., & Maccarini, G. (2022). Mechanical Characterization of AISI 316L Samples Printed Using Material Extrusion. *Applied Sciences*, *12*(3), 1433. <https://doi.org/10.3390/app12031433>
31. Depradeux, L. (2004). *Simulation numérique du soudage - acier 316L : Validation sur cas tests de complexité croissante* (Thèse de Doctorat). INSA Lyon.
32. Sassoulas, H. (2014). Traitements thermiques des aciers inoxydables. *Techniques de l'Ingénieur*, (M1155). <https://doi.org/10.51257/a-v3-m1155>
33. Samantaray, D., Chaudhuri, A., Borah, U., Bhaduri, A. K., & Dutta, P. (2016). Role of grain boundary ferrite layer in dynamic recrystallization of semi-solid processed type 304L austenitic stainless steel. *Materials Letters*, *179*, 65–68. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.05.049>

34. Fang, Z., Wu, Y., & Zhu, R. (1994). Stress Corrosion Cracking of Type 304 Stainless Steel Weldments in the Active State. *CORROSION*, 50(3), 171–175. <https://doi.org/10.5006/1.3293508>
35. Kim, S. Y., Kwon, H. S., & Kim, H. S. (2007). Effect of Delta Ferrite on Corrosion Resistance of Type 316L Stainless Steel in Acidic Chloride Solution by Micro-Droplet Cell. *Solid State Phenomena*, 124–126, 1533–1536. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.124-126.1533>
36. Khatak, H. S., & Raj, B. (2002). *Corrosion of Austenitic Stainless Steels*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857094018>
37. Hsieh, C.-C., & Wu, W. (2012). Overview of Intermetallic Sigma (σ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *ISRN Metallurgy*, 2012, 1–16. <https://doi.org/10.5402/2012/732471>
38. Badji, R. (2013). *Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex 2205* (Thèse de Doctorat). Université Paris-Nord.
39. Warren, A. D., Harniman, R. L., Guo, Z., Younes, C. M., Flewitt, P. E. J., & Scott, T. B. (2016). Quantification of sigma-phase evolution in thermally aged 2205 duplex stainless steel. *Journal of Materials Science*, 51(2), 694–707. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9131-9>
40. Gray, R. J., Sikka, V. K., & King, R. T. (1978). Detecting Transformation of Delta-Ferrite to Sigma-Phase in Stainless Steels by Advanced Metallographic Techniques. *JOM*, 30(11), 18–26. <https://doi.org/10.1007/BF03354388>
41. Padilha, A. F., & Rios, P. R. (2002). Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels. *ISIJ International*, 42(4), 325–327. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.42.325>
42. Yamashita, S., Ike, K., Yamasaki, K., Wei, F.-G., Wang, K., Ogura, T., & Saida, K. (2022). Relationship between ferrite–austenite phase transformation and precipitation behavior of sigma phase in super duplex stainless steel weldment. *Welding in the World*, 66(2), 351–362. <https://doi.org/10.1007/s40194-021-01239-4>
43. Bouquet, N. (2014). *Etude de la formation des joints soudés par diffusion : Application aux échangeurs de chaleur compacts* (Thèse de Doctorat). Université de Bourgogne.
44. Voort, G. V. (2011). Identification of Phases in Stainless Steels by Etching. *Vacaero*. Retrieved April 24, 2024, from <https://vacaero.com/information-resources/metallography-with-george-vander-voort/1061-identification-of-phases-in-stainless-steels-by-etching.html>
45. Fleischmann, B. (2022). *Influences du procédé d'atomisation et du matériau précurseur sur les mécanismes de compaction et les propriétés métallurgiques de pièces élaborées par CIC*. (Thèse de Doctorat). Université Bourgogne Franche-Comté.
46. Keplinger, A., Martinez, C., Hausbauer, M., & Kapp, M. (2020). Early Stages of Deleterious Phases in Super and Hyper Duplex Stainless Steel and Their Effect on Toughness. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 165(1), 33–39. <https://doi.org/10.1007/s00501-019-00936-4>
47. Laleh, M., Hughes, A. E., Xu, W., Gibson, I., & Tan, M. Y. (2019). Corrosion behaviour of additively manufactured type 316L stainless steel. Presented at the Australasian Conference on Corrosion & Prevention, Kerrimuir.
48. Dewidar, M. M., Yoon, H.-C., & Lim, J. K. (2006). Mechanical properties of metals for biomedical applications using powder metallurgy process: A review. *Metals and Materials International*, 12(3), 193–206. <https://doi.org/10.1007/BF03027531>
49. Saeidi, K., Gao, X., Lofaj, F., Kvetková, L., & Shen, Z. J. (2015). Transformation of austenite to duplex austenite-ferrite assembly in annealed stainless steel 316L consolidated by laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 633, 463–469. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.01.249>

50. Huang, Q. (2020). *Analyse expérimentale et numérique de l'amorçage de fissures de corrosion sous contrainte dans les aciers inoxydables pré-écrouis* (Thèse de Doctorat). Université Paris PSL.
51. Mecheter, A., Tarlochan, F., & Kucukvar, M. (2023). A Review of Conventional versus Additive Manufacturing for Metals: Life-Cycle Environmental and Economic Analysis. *Sustainability*, 15(16), 12299. <https://doi.org/10.3390/su151612299>
52. Dehghan-Manshadi, A., Bermingham, Mj., Dargusch, M. S., StJohn, D. H., & Qian, M. (2017). Metal injection moulding of titanium and titanium alloys: Challenges and recent development. *Powder Technology*, 319, 289–301. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.06.053>
53. Moinard, D., & Rigollet, C. (2011). Procédés de frittage PIM. *Techniques de l'Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m3320>
54. Banerjee, S., & Joens, C. J. (2019). Debinding and sintering of metal injection molding (MIM) components. In *Handbook of Metal Injection Molding* (pp. 129–171). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102152-1.00009-X>
55. Injection Molding VS Compression Molding. (2023). Retrieved from <https://zxhydraulicpress.com/blog/injection-molding-vs-compression-molding/>
56. Heaney, D. F. (Ed.). (2012). *Handbook of metal injection molding*. Cambridge, UK ; Philadelphia, PA: Woodhead Publishing.
57. Tashi, Ullah, A., Watanabe, M., & Kubo, A. (2018). Analytical Point-Cloud Based Geometric Modeling for Additive Manufacturing and Its Application to Cultural Heritage Preservation. *Applied Sciences*, 8(5), 656. <https://doi.org/10.3390/app8050656>
58. *Norme NF ISO 17296-2:2015*. (n.d.). Retrieved from <https://www.iso.org/fr/standard/61626.html>
59. Fenech, Y., Grondin, J., & Mazé - Coradin, F. (2023). Prevention des risques liés à la fabrication additive (impression 3D). Retrieved from <https://www.icgm.fr/wp-content/uploads/2023/03/Prevention-des-risques-lies-a-la-fabrication-additive.pdf>
60. Dobrzanski, L. A., Dobrzanska-Danikiewicz, A. D., Achtelik-Franczak, A., Dobrzanski, L. B., Szindler, M., & Gawel, T. G. (2017). Porous Selective Laser Melted Ti and Ti6Al4V Materials for Medical Applications. In L. A. Dobrzanski (Ed.), *Powder Metallurgy - Fundamentals and Case Studies*. InTech. <https://doi.org/10.5772/65375>
61. Molitch-Hou, M. (2018). Overview of additive manufacturing process. In *Additive Manufacturing* (pp. 1–38). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812155-9.00001-3>
62. Petrat, T., Brunner-Schwer, C., Graf, B., & Rethmeier, M. (2019). Microstructure of Inconel 718 parts with constant mass energy input manufactured with direct energy deposition. *Procedia Manufacturing*, 36, 256–266. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.08.033>
63. Selema, A., Ibrahim, M. N., & Sergeant, P. (2022). Metal Additive Manufacturing for Electrical Machines: Technology Review and Latest Advancements. *Energies*, 15(3), 1076. <https://doi.org/10.3390/en15031076>
64. Chen, R., Yin, H., Cole, I. S., Shen, S., Zhou, X., Wang, Y., & Tang, S. (2020). Exposure, assessment and health hazards of particulate matter in metal additive manufacturing: A review. *Chemosphere*, 259, 127452. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127452>
65. Mirzababaei, S., & Pasebani, S. (2019). A Review on Binder Jet Additive Manufacturing of 316L Stainless Steel. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 3(3), 82. <https://doi.org/10.3390/jmmp3030082>
66. Xia, M., & Sanjayan, J. (2016). Method of formulating geopolymer for 3D printing for construction applications. *Materials & Design*, 110, 382–390. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.136>

67. Gonzalez-Gutierrez, J., Cano, S., Schuschnigg, S., Kukla, C., Sapkota, J., & 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. <https://doi.org/10.3390/ma11050840>
68. Suwanpreecha, C., & Manonukul, A. (2022). A Review on Material Extrusion Additive Manufacturing of Metal and How It Compares with Metal Injection Moulding. *MDPI*, *12*(429). <https://doi.org/10.3390/met12030429>
69. Lotfi, Z., Mostafapur, A., & Barari, A. (2021). Properties of Metal Extrusion Additive Manufacturing and Its Application in Digital Supply Chain Management. *IFAC-PapersOnLine*, *54*(1), 199–204. <https://doi.org/10.1016/j.ifacol.2021.08.024>
70. Gong, C., Marae Djouda, J., Hmima, A., Gaslain, F., Kauffmann, J., Chemkhi, M., ... Panicaud, B. (2023). Local characterization of stainless steel 17-4PH produced by material extrusion additive manufacturing: Influence of the post-treatment. *Materials Science and Engineering: A*, *880*, 145371. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145371>
71. Clemens Lieberwirth, Arne Harder, & Hermann Seitz. (2017). Extrusion Based Additive Manufacturing of Metal Parts. *Journal of Mechanics Engineering and Automation*, *7*(2). <https://doi.org/10.17265/2159-5275/2017.02.004>
72. Agarwala, M. K., van Weeren, R., Bandyopadhyay, A., Safari, A., & Danforth, S. C. (1996). Filament Feed Materials for Fused Deposition Processing of Ceramics and Metals, p. 8. Center for Ceramic Research, Rutgers University.
73. Liu, B., Wang, Y., Lin, Z., & Zhang, T. (2020). Creating metal parts by Fused Deposition Modeling and Sintering. *Materials Letters*, *263*, 127252. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.127252>
74. Singh, G., Missiaen, J.-M., Bouvard, D., & Chaix, J.-M. (2021). Additive manufacturing of 17–4 PH steel using metal injection molding feedstock: Analysis of 3D extrusion printing, debinding and sintering. *Additive Manufacturing*, *47*, 102287. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102287>
75. Rosnitschek, T., Seefeldt, A., Alber-Laukant, B., Neumeyer, T., Altstädt, V., & Tremmel, S. (2021). Correlations of Geometry and Infill Degree of Extrusion Additively Manufactured 316L Stainless Steel Components. *Materials*, *14*(18), 5173. <https://doi.org/10.3390/ma14185173>
76. Wagner, M. A., Engel, J., Hadian, A., Clemens, F., Rodriguez-Arbaizar, M., Carreño-Morelli, E., ... Spolenak, R. (2022). Filament extrusion-based additive manufacturing of 316L stainless steel: Effects of sintering conditions on the microstructure and mechanical properties. *Additive Manufacturing*, *59*, 103147. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.103147>
77. Ait-Mansour, I., Kretschmar, N., Chekurov, S., Salmi, M., & Rech, J. (2020). Design-dependent shrinkage compensation modeling and mechanical property targeting of metal FFF. *Progress in Additive Manufacturing*, *5*(1), 51–57. <https://doi.org/10.1007/s40964-020-00124-8>
78. Wang, F., You, S., Jiang, D., & Ning, F. (2022). Study on sintering mechanism for extrusion-based additive manufacturing of stainless steel through molecular dynamics simulation. *Additive Manufacturing*, *58*, 102991. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102991>
79. Rane, K., & Strano, M. (2019). A comprehensive review of extrusion-based additive manufacturing processes for rapid production of metallic and ceramic parts. *Advances in Manufacturing*, *7*(2), 155–173. <https://doi.org/10.1007/s40436-019-00253-6>
80. Milette, O., Côté, R., Demers, V., & Brailovski, V. (2022). Material extrusion additive manufacturing of low-viscosity metallic feedstocks: Performances of the plunger-based approach. *Additive Manufacturing*, *60*, 103252. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.103252>

81. Annoni, M., Giberti, H., & Strano, M. (2016). Feasibility Study of an Extrusion-based Direct Metal Additive Manufacturing Technique. *Procedia Manufacturing*, 5, 916–927. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2016.08.079>
82. Waalkes, L., Längerich, J., Holbe, F., & Emmelmann, C. (2020). Feasibility study on piston-based feedstock fabrication with Ti-6Al-4V metal injection molding feedstock. *Additive Manufacturing*, 35, 101207. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101207>
83. Patel, A., & Taufik, M. (2024). Extrusion-Based Technology in Additive Manufacturing: A Comprehensive Review. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 49(2), 1309–1342. <https://doi.org/10.1007/s13369-022-07539-1>
84. Valkenaers, H., Vogeler, F., Ferraris, E., Voet, A., & Kruth, J.-P. (2013). A Novel Approach to Additive Manufacturing: Screw Extrusion 3D-Printing. In *Proceedings of the 10th International Conference on Multi-Material Micro Manufacture* (pp. 235–238). Presented at the 10th International Conference on Multi-Material Micro Manufacture, Research Publishing Services. <https://doi.org/10.3850/978-981-07-7247-5-359>
85. Yang, W.-W., Yang, K.-Y., Wang, M.-C., & Hon, M.-H. (2003). Solvent debinding mechanism for alumina injection molded compacts with water-soluble binders. *Ceramics International*, 29(7), 745–756. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(02\)00226-2](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(02)00226-2)
86. Kankawa, Y. (1997). Effects of Polymer Decomposition Behavior on Thermal Debinding Process in Metal Injection Molding. *Materials and Manufacturing Processes*, 12(4), 681–690. <https://doi.org/10.1080/10426919708935175>
87. Enneti, R. K., Park, S. J., German, R. M., & Atre, S. V. (2012). Review: Thermal Debinding Process in Particulate Materials Processing. *Materials and Manufacturing Processes*, 27(2), 103–118. <https://doi.org/10.1080/10426914.2011.560233>
88. Hwang, K. S., & Tsou, T. H. (1992). Thermal debinding of powder injection molded parts: Observations and mechanisms. *Metallurgical Transactions A*, 23(10), 2775–2782. <https://doi.org/10.1007/BF02651756>
89. Bernache-Assolant, D., & Bonnet, J.-P. (2005). Frittage : aspects physico-chimiques - Partie 1 : frittage en phase solide. *Techniques de l'Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-af6620>
90. Thompson, Y., Gonzalez-Gutierrez, J., Kukla, C., & Felfer, P. (2019). Fused filament fabrication, debinding and sintering as a low cost additive manufacturing method of 316L stainless steel. *Additive Manufacturing*, 30, 100861. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100861>
91. Graf, M.-P., Holm, T., Malas, A., & Wiberg, S. (n.d.). Sintering of steels. *The Linde Group*, (Furnace atmospheres no. 6.). Retrieved from https://www.linde-gas.com/en/images/Furnace%20atmospheres%20no.%206.%20Sintering%20of%20steels._tcm17-460206.pdf
92. 316 Stainless Steel Mechanical Properties | E-Z LOK. (n.d.). Retrieved June 19, 2024, from <https://www.ezlok.com/316-stainless-steel-properties>
93. Kovach, C. W. (n.d.). *HighPerformance Stainless Steels*. Nickel Development Institute. Retrieved from https://nickelinstitute.org/media/1702/highperformancestainlesssteels_11021_.pdf
94. Gong, H., Snelling, D., Kardel, K., & Carrano, A. (2019). Comparison of Stainless Steel 316L Parts Made by FDM- and SLM-Based Additive Manufacturing Processes. *JOM*, 71(3), 880–885. <https://doi.org/10.1007/s11837-018-3207-3>
95. Brytan, Z. (2017). Comparison of Vacuum Sintered and Selective Laser Melted Steel AISI 316L. *Archives of Metallurgy and Materials*, 62(4), 2125–2131. <https://doi.org/10.1515/amm-2017-0314>
96. Zhong, Y., Rännar, L.-E., Liu, L., Koptuyug, A., Wikman, S., Olsen, J., ... Shen, Z. (2017). Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion

- applications. *Journal of Nuclear Materials*, 486, 234–245. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2016.12.042>
97. Damon, J., Dietrich, S., Gorantla, S., Popp, U., Okolo, B., & Schulze, V. (2019). Process porosity and mechanical performance of fused filament fabricated 316L stainless steel. *Rapid Prototyping Journal*, 25(7), 1319–1327. <https://doi.org/10.1108/RPJ-01-2019-0002>
 98. Lecis, N., Mariani, M., Beltrami, R., Emanuelli, L., Casati, R., Vedani, M., & Molinari, A. (2021). Effects of process parameters, debinding and sintering on the microstructure of 316L stainless steel produced by binder jetting. *Materials Science and Engineering: A*, 828, 142108. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142108>
 99. Santamaria, R., Salasi, M., Bakhtiari, S., Leadbeater, G., Iannuzzi, M., & Quadir, M. Z. (2022). Microstructure and mechanical behaviour of 316L stainless steel produced using sinter-based extrusion additive manufacturing. *Journal of Materials Science*, 57(21), 9646–9662. <https://doi.org/10.1007/s10853-021-06828-8>
 100. Song, R., Xiang, J., & Hou, D. (2011). Characteristics of Mechanical Properties and Microstructure for 316L Austenitic Stainless Steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 18(11), 53–59. [https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(11\)60117-9](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(11)60117-9)
 101. Stainless Steel Type 316/316L. (n.d.). *Rolled Metal Products | Stainless, Aluminum & Specialty Alloys*. Retrieved from <https://rolledmetalproducts.com/stainless-steel-type-316316/>
 102. Ledbetter, H. M. (1981). Stainless-steel elastic constants at low temperatures. *Journal of Applied Physics*, 52(3), 1587–1589. <https://doi.org/10.1063/1.329644>
 103. Benjamin, D., & Kirkpatrick, C. W. (1980). *Handbook, Properties and selection: stainless steels, tool materials and special-purpose metals* (9th Ed., Vol. 3). ASM Metals.
 104. A01 Committee. (n.d.). Specification for Stainless Steel Bars and Shapes. ASTM International. https://doi.org/10.1520/A0276_A0276M-17
 105. Hansel, A., Mori, M., Fujishima, M., Oda, Y., Hyatt, G., Lavernia, E., & Delplanque, J.-P. (2016). Study on Consistently Optimum Deposition Conditions of Typical Metal Material Using Additive/Subtractive Hybrid Machine Tool. *Procedia CIRP*, 46, 579–582. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2016.04.113>
 106. Segura, I. A., Mireles, J., Bermudez, D., Terrazas, C. A., Murr, L. E., Li, K., ... Wicker, R. B. (2018). Characterization and mechanical properties of clad stainless steel 316L with nuclear applications fabricated using electron beam melting. *Journal of Nuclear Materials*, 507, 164–176. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.04.026>
 107. Berginc, B., Kampus, Z., & Sustarsic, B. (2007). Influence of feedstock characteristics and process parameters on properties of MIM parts made of 316L. *Powder Metallurgy*, 50(2), 172–183. <https://doi.org/10.1179/174329007X164862>
 108. Heaney, D. F., Mueller, T. W., & Davies, P. A. (2004). Mechanical properties of metal injection moulded 316L stainless steel using both prealloy and master alloy techniques. *Powder Metallurgy*, 47(4), 367–373. <https://doi.org/10.1179/003258904225020855>
 109. Muterlle, P. V., Zendron, M., Perina, M., & Molinari, A. (2009). Influence of delta ferrite on mechanical properties of stainless steel produced by MIM. Presented at the 20th International Congress of Mechanical Engineering, Gramado, RS, Brazi.
 110. Hwang, I.-S., So, T.-Y., Lee, D.-H., & Shin, C.-S. (2023). Characterization of Mechanical Properties and Grain Size of Stainless Steel 316L via Metal Powder Injection Molding. *Materials*, 16(6), 2144. <https://doi.org/10.3390/ma16062144>
 111. Yu, K., Ye, S., Mo, W., Lv, Y., Jiang, H., Ma, R., ... Yu, P. (2020). Oxygen content control in metal injection molding of 316L austenitic stainless steel using water atomized powder. *Journal of Manufacturing Processes*, 50, 498–509. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.038>

112. Safka, J., Ackermann, M., Machacek, J., Seidl, M., Vele, F., & Truxova, V. (2020). Fabrication process and basic material properties of the BASF Ultrafuse 316LX material. *MM Science Journal*, 2020(5), 4216–4222. https://doi.org/10.17973/MMSJ.2020_12_2020071
113. Schumacher, C., & Moritzer, E. (2021). Stainless Steel Parts Produced by Fused Deposition Modeling and a Sintering Process Compared to Components Manufactured in Selective Laser Melting. *Macromolecular Symposia*, 395(1), 2000275. <https://doi.org/10.1002/masy.202000275>
114. Hamidi, M. F. F. A., Harun, W. S. W., Khalil, N. Z., & Samykano, M. (2019). Microstructural comparison and mechanical properties of stainless steel 316L fabricated by selective laser melting and metal injection moulding processes. *International Journal of Manufacturing Technology and Management*, 33(1/2), 76. <https://doi.org/10.1504/IJMTM.2019.100160>
115. Lavery, N. P., Cherry, J., Mehmood, S., Davies, H., Girling, B., Sackett, E., ... Sienz, J. (2017). Effects of hot isostatic pressing on the elastic modulus and tensile properties of 316L parts made by powder bed laser fusion. *Materials Science and Engineering: A*, 693, 186–213. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.100>
116. Mower, T. M., & Long, M. J. (2016). Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials. *Materials Science and Engineering: A*, 651, 198–213. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.10.068>
117. Yadollahi, A., Shamsaei, N., Thompson, S. M., & Seely, D. W. (2015). Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 644, 171–183. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.07.056>
118. Pacheco, J. T., Meura, V. H., Bloemer, P. R. A., Veiga, M. T., De Moura Filho, O. C., Cunha, A., & Teixeira, M. F. (2022). Laser directed energy deposition of AISI 316L stainless steel: The effect of build direction on mechanical properties in as-built and heat-treated conditions. *Advances in Industrial and Manufacturing Engineering*, 4, 100079. <https://doi.org/10.1016/j.aime.2022.100079>
119. Guo, P., Zou, B., Huang, C., & Gao, H. (2017). Study on microstructure, mechanical properties and machinability of efficiently additive manufactured AISI 316L stainless steel by high-power direct laser deposition. *Journal of Materials Processing Technology*, 240, 12–22. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.09.005>
120. Ma, M., Wang, Z., & Zeng, X. (2017). A comparison on metallurgical behaviors of 316L stainless steel by selective laser melting and laser cladding deposition. *Materials Science and Engineering: A*, 685, 265–273. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.112>
121. Frykholm, R., Takeda, Y., Andersson, B.-G., & Carlström, R. (2016). Solid State Sintered 3-D Printing Component by Using Inkjet (Binder) Method. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 63(7), 421–426. <https://doi.org/10.2497/jjspm.63.421>
122. Nastac, M., Lucas, R., & Klein, A. (2017). Microstructure and mechanical properties comparison of 316L parts produced by different additive manufacturing processes. Presented at the International Solid Freeform Fabrication Symposium, The University of Texas in Austin. Retrieved from <https://hdl.handle.net/2152/89826>
123. Mao, Y., Cai, C., Zhang, J., Heng, Y., Feng, K., Cai, D., & Wei, Q. (2023). Effect of sintering temperature on binder jetting additively manufactured stainless steel 316L: densification, microstructure evolution and mechanical properties. *Journal of Materials Research and Technology*, 22, 2720–2735. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.12.096>
124. Caminero, M. Á., Romero, A., Chacón, J. M., Núñez, P. J., García-Plaza, E., & Rodríguez, G. P. (2021). Additive manufacturing of 316L stainless-steel structures using fused filament fabrication technology: mechanical and geometric properties. *Rapid Prototyping Journal*, 27(3), 583–591. <https://doi.org/10.1108/RPJ-06-2020-0120>

125. Jansa, J., Volodarskaja, A., Hlinka, J., Zárbynická, L., Polzer, S., Kraus, M., ... Pagáč, M. (2023). Corrosion and material properties of 316L stainless steel produced by material extrusion technology. *Journal of Manufacturing Processes*, 88, 232–245. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2023.01.035>
126. Kurose, T., Abe, Y., Santos, M. V. A., Kanaya, Y., Ishigami, A., Tanaka, S., & Ito, H. (2020). Influence of the Layer Directions on the Properties of 316L Stainless Steel Parts Fabricated through Fused Deposition of Metals. *Materials*, 13(11), 2493. <https://doi.org/10.3390/ma13112493>
127. Hassan, W., Farid, M. A., Tosi, A., Rane, K., & Strano, M. (2021). The effect of printing parameters on sintered properties of extrusion-based additively manufactured stainless steel 316L parts. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 114(9–10), 3057–3067. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-07047-w>
128. Sadaf, M., Bragaglia, M., & Nanni, F. (2021). A simple route for additive manufacturing of 316L stainless steel via Fused Filament Fabrication. *Journal of Manufacturing Processes*, 67, 141–150. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.04.055>
129. Moritzer, E., Elsner, C. L., & Schumacher, C. (2021). Investigation of METAL-POLYMER composites manufactured by fused deposition modeling with regard to process parameters. *Polymer Composites*, 42(11), 6065–6079. <https://doi.org/10.1002/pc.26285>
130. Castro, L., Merino, S., Levenfeld, B., Várez, A., & Torralba, J. M. (2003). Mechanical properties and pitting corrosion behaviour of 316L stainless steel parts obtained by a modified metal injection moulding process. *Journal of Materials Processing Technology*, 143–144, 397–402. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00402-3](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00402-3)
131. Ferri, O. M., Ebel, T., & Bormann, R. (2009). High cycle fatigue behaviour of Ti–6Al–4V fabricated by metal injection moulding technology. *Materials Science and Engineering: A*, 504(1–2), 107–113. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.10.039>
132. Průša, V., & Trnka, L. (2023). Mechanical response of elastic materials with density dependent Young modulus. *Applications in Engineering Science*, 14, 100126. <https://doi.org/10.1016/j.apples.2023.100126>
133. Bhansali, K., Keche, A. J., Gogte, C. L., & Chopra, S. (2020). Effect of grain size on Hall-Petch relationship during rolling process of reinforcement bar. *Materials Today: Proceedings*, 26, 3173–3178. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.655>
134. Wang, Y., Wang, Z., Wang, W., & Ma, B. (2023). Effect of nitrogen content on mechanical properties of 316L(N) austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 884, 145549. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145549>
135. Guo, L. Q., Lin, M. C., Qiao, L. J., & Volinsky, A. A. (2013). Ferrite and austenite phase identification in duplex stainless steel using SPM techniques. *Applied Surface Science*, 287, 499–501. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.09.041>
136. Gadelrab, K. R., Li, G., Chiesa, M., & Souier, T. (2012). Local characterization of austenite and ferrite phases in duplex stainless steel using MFM and nanoindentation. *Journal of Materials Research*, 27(12), 1573–1579. <https://doi.org/10.1557/jmr.2012.99>
137. Pollen AM | Acier inoxydable - 316L. (n.d.). Retrieved July 15, 2024, from https://pollen.am/fr/metal_316l/
138. BASF en France - Nous créons de la chimie. (n.d.). Retrieved July 15, 2024, from <https://www.basf.com/fr/fr.html>
139. Bartolomeu, F., Buciumeanu, M., Pinto, E., Alves, N., Carvalho, O., Silva, F. S., & Miranda, G. (2017). 316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting. *Additive Manufacturing*, 16, 81–89. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.05.007>

140. Santonocito, D., Fintová, S., Di Cocco, V., Iacoviello, F., Risitano, G., & D'Andrea, D. (2023). Comparison on mechanical behavior and microstructural features between traditional and AM AISI 316L. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 46(2), 379–395. <https://doi.org/10.1111/ffe.13872>
141. Bassis, M., Kotliar, A., Koltiar, R., Ron, T., Leon, A., Shirizly, A., & Aghion, E. (2021). The Effect of a Slow Strain Rate on the Stress Corrosion Resistance of Austenitic Stainless Steel Produced by the Wire Laser Additive Manufacturing Process. *Metals*, 11(12), 1930. <https://doi.org/10.3390/met11121930>
142. Cruz, V., Chao, Q., Birbilis, N., Fabijanic, D., Hodgson, P. D., & Thomas, S. (2020). Electrochemical studies on the effect of residual stress on the corrosion of 316L manufactured by selective laser melting. *Corrosion Science*, 164, 108314. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.108314>
143. He, H., Li, Y. M., & Li, D. P. (2011). Effect of Sintering Temperature and Atmosphere on Corrosion Behavior of MIM 316L Stainless Steel. *Advanced Materials Research*, 239–242, 132–136. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.239-242.132>
144. Moussion, A. (2020, March 4). Le MIM Metal Injection Moulding appliqué à l'impression 3D métal en 10 questions. *PRIMANTE 3D*. Retrieved from <http://www.primante3d.com/mim-like-metallique-04032020/>
145. Comparaison des différentes technologies d'impression 3D métal: FFF.... (n.d.). Retrieved August 11, 2024, from <https://markforged.com/fr/resources/blog/comparing-metal-3d-printing-technologies-pros-and-cons-market-outlook-how-they-work>
146. Cabo Rios, A., Hryha, E., Olevsky, E., & Harlin, P. (2022). Sintering anisotropy of binder jetted 316L stainless steel: part II – microstructure evolution during sintering. *Powder Metallurgy*, 1–13. <https://doi.org/10.1080/00325899.2021.2020486>
147. Wu, Y., German, R. M., Blaine, D., Marx, B., & Schlaefel, C. (2002). Effects of residual carbon content on sintering shrinkage, microstructure and mechanical properties of injection molded 17-4 PH stainless steel. *Journal of Materials Science*, 37(17), 3573–3583. <https://doi.org/10.1023/A:1016532418920>
148. Li, S., Huang, B., Li, Y., Liang, S., Li, D., Fan, J., & Jiang, F. (2003). Effects of sintering atmosphere on the microstructure and mechanical property of sintered 316L stainless steel. *Journal of Central South University of Technology*, 10(1), 1–6. <https://doi.org/10.1007/s11771-003-0061-3>
149. Krug, S., & Zachmann, S. (2009). Influence of sintering conditions and furnace technology on chemical and mechanical properties of injection moulded 316L (Vol. 3). Presented at the Powder Injection Moulding International. Retrieved from <https://www.yumpu.com/en/document/read/9018748/influence-of-sintering-conditions-and-furnace-polymimcom>
150. Raza, M. R., Ahmad, F., Muhamad, N., Sulong, A. B., M.A., O., Akhtar, M. N., ... Sherazi, I. (2017). Effects of Debinding and Sintering Atmosphere on Properties and Corrosion Resistance of Powder Injection Molded 316L - Stainless Steel. *Sains Malaysiana*, 46(02), 285–293. <https://doi.org/10.17576/jsm-2017-4602-13>
151. Kumar, P., Jayaraj, R., Suryawanshi, J., Satwik, U. R., McKinnell, J., & Ramamurty, U. (2020). Fatigue strength of additively manufactured 316L austenitic stainless steel. *Acta Materialia*, 199, 225–239. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.08.033>
152. Muhammad, W., Batmaz, R., Natarajan, A., & Martin, E. (2022). Effect of binder jetting microstructure variability on low cycle fatigue behavior of 316L. *Materials Science and Engineering: A*, 839, 142820. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.142820>

153. Wang, Y., Zhang, L., Li, X., & Yan, Z. (2021). On hot isostatic pressing sintering of fused filament fabricated 316L stainless steel – Evaluation of microstructure, porosity, and tensile properties. *Materials Letters*, 296, 129854. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129854>
154. Yoon, T. S., Lee, Y. H., Ahn, S. H., Lee, J. H., & Lee, C. S. (2003). Effects of Sintering Conditions on the Mechanical Properties of Metal Injection Molded 316L Stainless Steel. *ISIJ International*, 43(1), 119–126. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.119>
155. Jiang, D., & Ning, F. (2021). Additive Manufacturing of 316L Stainless Steel by a Printing-Debinding-Sintering Method: Effects of Microstructure on Fatigue Property. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 143(9), 091007. <https://doi.org/10.1115/1.4050190>
156. Rane, K., Cataldo, S., Parenti, P., Sbaglia, L., Mussi, V., Annoni, M., ... Strano, M. (2018). Rapid production of hollow SS316 profiles by extrusion based additive manufacturing (p. 140014). Presented at the PROCEEDINGS OF THE 21ST INTERNATIONAL ESAFORM CONFERENCE ON MATERIAL FORMING: ESAFORM 2018, Palermo, Italy. <https://doi.org/10.1063/1.5035006>
157. Xiong, X. C. (2018). *Élaboration et genèse des microstructures dans les “acières” fer-azote*. Institut National Polytechnique de Lorraine.
158. Wang, C., Tan, X., Liu, E., & Tor, S. B. (2018). Process parameter optimization and mechanical properties for additively manufactured stainless steel 316L parts by selective electron beam melting. *Materials & Design*, 147, 157–166. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.03.035>
159. Somireddy, M., Czekanski, A., & Atre, S. V. (2022). Modelling of Failure Behaviour of 3D-Printed Composite Parts. *Applied Sciences*, 12(21), 10724. <https://doi.org/10.3390/app122110724>
160. Chen, Y., Liu, Z., Ringer, S. P., Tong, Z., Cui, X., & Chen, Y. (2007). Selective Oxidation Synthesis of MnCr₂O₄ Spinel Nanowires from Commercial Stainless Steel Foil. *Crystal Growth & Design*, 7(11), 2279–2281. <https://doi.org/10.1021/cg070514a>
161. Kwietniewski, C. E. F., Tentardini, E. K., & Totten, G. E. (2013). Carburizing and Carbonitriding. In Q. J. Wang & Y.-W. Chung (Eds.), *Encyclopedia of Tribology* (pp. 298–306). Boston, MA: Springer US. https://doi.org/10.1007/978-0-387-92897-5_722
162. ISO 5755:2022. Matériaux métalliques frittés - Spécifications. (2022).
163. Mariappan, R., Kumaran, S., & Rao, T. S. (2009). Effect of sintering atmosphere on structure and properties of austeno-ferritic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, 517(1–2), 328–333. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.04.011>
164. Kikuchi, M., Kajihara, M., & Choi, S.-K. (1991). Cellular precipitation involving both substitutional and interstitial solutes: cellular precipitation of Cr₂N in Cr-Ni austenitic steels. *Materials Science and Engineering: A*, 146(1–2), 131–150. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(91\)90273-P](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90273-P)
165. Carvalho, P. A., Machado, I. F., Solórzano, G., & Padilha, A. F. (2008). On Cr₂N precipitation mechanisms in high-nitrogen austenite. *Philosophical Magazine*, 88(2), 229–242. <https://doi.org/10.1080/14786430701805590>
166. Machado, I. F., & Padilha, A. F. (1996). Precipitation behaviour of 25% Cr - 5.5% Ni austenitic stainless steel containing 0.87% nitrogen. *Steel Research*, 67(7), 285–290. <https://doi.org/10.1002/srin.199605492>
167. Pant, P., Dahlmann, P., Schlump, W., & Stein, G. (1987). A new nitrogen alloying technique - a way to distinctly improve the properties of austenitic steel. *Steel Research*, 58(1), 18–25. <https://doi.org/10.1002/srin.198701482>
168. Zhang, X., Peng, Y., Huang, Y., Wang, K., Kong, J., Du, Z., ... Zhou, M. (2023). Precipitation characteristics and tensile properties of high-nitrogen chromium-manganese steel fabricated by

- wire and arc additive manufacturing with isothermal post-heat treatment. *Materials & Design*, 225, 111536. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.111536>
169. Vanderschaeve, F., Taillard, R., & Foct, J. (1995). Discontinuous precipitation of Cr₂N in a high nitrogen, chromium-manganese austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, 30(23), 6035–6046. <https://doi.org/10.1007/BF01151525>
 170. Srinivas, N. C. S., & Kutumbarao, V. V. (1997). On the discontinuous precipitation of Cr₂N in Cr-Mn-N austenitic stainless steels. *Scripta Materialia*, 37(3), 285–291. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(97\)00112-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(97)00112-7)
 171. Rawers, J., Bennett, J., Doan, R., & Siple, J. (1992). Nitrogen solubility and nitride formation in Fe-Cr-Ni alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*, 40(6), 1195–1199. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90418-E](https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90418-E)
 172. Fernandes, F. A. P., Casteletti, L. C., Totten, G. E., & Gallego, J. (2012). Decomposition of expanded austenite in AISI 316L stainless steel nitrated at 723K. *International Heat Treatment and Surface Engineering*, 6(3), 103–106. <https://doi.org/10.1179/1749514812Z.00000000025>
 173. Xu, X. L., Wang, L., Yu, Z. W., & Hei, Z. K. (2000). Microstructural characterization of plasma nitrated austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 132(2–3), 270–274. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00905-1](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00905-1)
 174. Park, S.-J., Kim, Jung-Min, Kang, Hee Jae, Kang, Chang-Yong, Kim, Young Hee, & Sung, J.H. (2012). Isothermal Heat Treatment of AISI 430 Ferritic Stainless Steel after High Temperature Gas Nitriding. *Journal of the Korean Society for Heat Treatment*, 25(3), 115–120. <https://doi.org/10.12656/JKSHT.2012.25.3.115>
 175. Machado, I. F., Carvalho, P. A., & Padilha, F. (2015). Austenite instability and precipitation behavior of high nitrogen stainless steels. In *Stainless steel: microstructure, mechanical properties and methods of application*. New York: Nova Publisher's.
 176. Nakada, N., Hirakawa, N., Tsuchiyama, T., & Takaki, S. (2007). Grain refinement of nickel-free high nitrogen austenitic stainless steel by reversion of eutectoid structure. *Scripta Materialia*, 57(2), 153–156. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.03.022>
 177. Xiong, X., Redjaimia, A., & Goune, M. (2007). Orientation relationships between ferrite and Fe₄N nitride in hypoeutectoid iron-nitrogen binary alloy. Presented at the Colloque SFμ-2007, Grenoble, France.
 178. Steiner, T., Meka, S. R., Rheingans, B., Bischoff, E., Waldenmaier, T., Yeli, G., ... Mittemeijer, E. J. (2016). Continuous and discontinuous precipitation in Fe-1 at.%Cr-1 at.%Mo alloy upon nitriding; crystal structure and composition of ternary nitrides. *Philosophical Magazine*, 96(15), 1509–1537. <https://doi.org/10.1080/14786435.2016.1167282>
 179. Öztürk, O., & Williamson, D. L. (2002). Thermal stability of the high-N solid-solution layer on stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 158–159, 288–294. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00185-8](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00185-8)
 180. García, C., Martín, F., de Tiedra, P., & Cambronero, L. G. (2007). Pitting corrosion behaviour of PM austenitic stainless steels sintered in nitrogen–hydrogen atmosphere. *Corrosion Science*, 49(4), 1718–1736. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2006.10.009>
 181. Bensaada, S. (n.d.). Mécanismes de Germination, de Croissance et de Coalescence dans les alliages binaires.
 182. Liang, X. Z., Dodge, M. F., Liang, W., & Dong, H. B. (2017). Precipitation of chromium nitride nano-rods on lamellar carbides along austenite-ferrite boundaries in super duplex stainless steel. *Scripta Materialia*, 127, 45–48. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.09.004>
 183. Rivarola, J. B., & Smith, J. M. (1964). Surface Diffusion of Carbon Dioxide on Alumina. *Industrial & Engineering Chemistry Fundamentals*, 3(4), 308–313. <https://doi.org/10.1021/i160012a005>

184. Oliver, W. C., & Pharr, G. M. (1992). An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 7(6), 1564–1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
185. Liang, X., Zhang, Y., Zhang, Q., Wang, Y., Reddy, K. M., & Wang, X. (2023). Effects of nitrogen on the microstructure and mechanical properties of an austenitic stainless steel with incomplete recrystallization annealing. *Materials Today Communications*, 35, 105799. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.105799>
186. Obadimu, S. O., & Kourousis, K. I. (2023). Microscopic and mesoscopic/macrosopic structural characteristics of material extrusion Steel 316L: influence of the fabrication process. *International Journal of Structural Integrity*, 14(2), 314–321. <https://doi.org/10.1108/IJSI-07-2022-0100>
187. Hosseinimehr, S., Mohammadpanah, A., Benoit, M. J., Ester, D. F., Zang, A., Martinez, M., ... Clare, A. T. (2024). Defect evolution and mitigation in metal extrusion additive manufacturing: From deposition to sintering. *Journal of Materials Processing Technology*, 329, 118457. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2024.118457>
188. Tosto, C., Tirillò, J., Sarasini, F., & Cicala, G. (2021). Hybrid Metal/Polymer Filaments for Fused Filament Fabrication (FFF) to Print Metal Parts. *Applied Sciences*, 11(4), 1444. <https://doi.org/10.3390/app11041444>
189. Biswas, P., Guessasma, S., & Li, J. (2020). Numerical prediction of orthotropic elastic properties of 3D-printed materials using micro-CT and representative volume element. *Acta Mechanica*, 231(2), 503–516. <https://doi.org/10.1007/s00707-019-02544-2>
190. Kurgan, N. (2013). Effects of sintering atmosphere on microstructure and mechanical property of sintered powder metallurgy 316L stainless steel. *Materials & Design (1980-2015)*, 52, 995–998. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.06.035>
191. Juan, H.-L. (2017). *Effect of temperature ratio (ts/tm) and time on the sintering behavior of metallic 316l stainless steel coupons produced using jet-binder technology* (Rapport de master). University of Pittsburgh.
192. Rawers, J., Croydon, F., Krabbe, R., & Duttlinger, N. (1996). Tensile Characteristics of Nitrogen Enhanced Powder Injection Moulded 316L Stainless Steel. *Powder Metallurgy*, 39(2), 125–129. <https://doi.org/10.1179/pom.1996.39.2.125>
193. Lecis, N., Beltrami, R., & Mariani, M. (2021). Binder jetting 3D printing of 316 stainless steel: influence of process parameters on microstructural and mechanical properties. *International Journal of the Italian Association for Metallurgy*.
194. Zhang, W., Li, L., Gao, J., Huang, J., & Zhang, X. (2021). The Effect of Porosity on Mechanical Properties of Porous FeCrN Stainless Steel. *Journal of Physics: Conference Series*, 2044(1), 012002. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2044/1/012002>
195. Hyun, S.-K., Ikeda, T., & Nakajima, H. (2004). Fabrication of lotus-type porous iron and its mechanical properties. *Science and Technology of Advanced Materials*, 5(1–2), 201–205. <https://doi.org/10.1016/j.stam.2003.11.005>
196. Yoon, T. S., Lee, Y. H., Ahn, S. H., Lee, J. H., & Lee, C. S. (2003). Effects of Sintering Conditions on the Mechanical Properties of Metal Injection Molded 316L Stainless Steel. *ISIJ International*, 43(1), 119–126. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.119>
197. German, R. M. (1996). *Sintering Theory and Practice* (p. 68). New York: Wiley.
198. Üllen, N. B., & Yeşilay, C. (2018). Factors Influencing Mechanical Properties of Sintered Steels: Density and Carbon Content. Presented at the 19th International Metallurgy & Materials Congress, Istanbul: METEM.

199. Couty, V., Witz, J.-F., Martel, C., Bari, F., & Weisrock, A. (2021). CRAPPY: Command and Real-Time Acquisition in Parallelized Python, a Python module for experimental setups. *SoftwareX*, *16*, 100848. <https://doi.org/10.1016/j.softx.2021.100848>
200. Weisrock, A., Couty, V., Witz, J.-F., Thorrez, L., & Lecomte-Grosbras, P. (2023). CRAPPY goes embedded: Including low-cost hardware in experimental setups. *SoftwareX*, *22*, 101348. <https://doi.org/10.1016/j.softx.2023.101348>
201. Pommier, S. (2017). *Mécanique des matériaux*.
202. Gadalińska, E., Baczmański, A., Braham, C., Gonzalez, G., Sidhom, H., Wroński, S., ... Wierzbowski, K. (2020). Stress localisation in lamellar cementite and ferrite during elastoplastic deformation of pearlitic steel studied using diffraction and modelling. *International Journal of Plasticity*, *127*, 102651. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2019.102651>
203. Zhao, Y., Tan, Y., Ji, X., Xiang, Z., He, Y., & Xiang, S. (2018). In situ study of cementite deformation and its fracture mechanism in pearlitic steels. *Materials Science and Engineering: A*, *731*, 93–101. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.114>
204. Sidhom, H., Yahyaoui, H., Braham, C., & Gonzalez, G. (2015). Analysis of the Deformation and Damage Mechanisms of Pearlitic Steel by EBSD and “in-situ” SEM Tensile Tests. *Journal of Materials Engineering and Performance*, *24*(7), 2586–2596. <https://doi.org/10.1007/s11665-015-1537-7>
205. Karakas, O. (2019). The Influence of Corrosion on the Mechanical Behavior of AISI 316L Stainless Steel Welds. *Mechanics*, *25*(2), 114–118. <https://doi.org/10.5755/j01.mech.25.2.21551>
206. Messinese, E., Casanova, L., Paterlini, L., Capelli, F., Bolzoni, F., Ormellese, M., & Brenna, A. (2022). A Comprehensive Investigation on the Effects of Surface Finishing on the Resistance of Stainless Steel to Localized Corrosion. *Metals*, *12*(10), 1751. <https://doi.org/10.3390/met12101751>
207. Dawood, M., & Sinha, P. K. (2021). Experimental Investigation and Analysis of Stainless Steel 316L by Salt Spray Test Method for Corrosion Behavior. In M. Muzammil, A. Chandra, P. K. Kankar, & H. Kumar (Eds.), *Recent Advances in Mechanical Engineering* (pp. 385–393). Singapore: Springer Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-15-8704-7_48
208. Surface Finishing Tutorial | Technical Tutorial - MISUMI. (n.d.). Retrieved August 8, 2024, from <https://www.misumi-techcentral.com/tt/en/surface/2013/03/154-salt-water-spray-test.html>
209. Bakhtiari, H., Aamir, M., & Tolouei-Rad, M. (2023). Effect of 3D Printing Parameters on the Fatigue Properties of Parts Manufactured by Fused Filament Fabrication: A Review. *Applied Sciences*, *13*(2), 904. <https://doi.org/10.3390/app13020904>
210. Fernandez-Vicente, M., Calle, W., Ferrandiz, S., & Conejero, A. (2016). Effect of Infill Parameters on Tensile Mechanical Behavior in Desktop 3D Printing. *3D Printing and Additive Manufacturing*, *3*(3), 183–192. <https://doi.org/10.1089/3dp.2015.0036>
211. Dudescu, C., & Racz, L. (2017). Effects of Raster Orientation, Infill Rate and Infill Pattern on the Mechanical Properties of 3D Printed Materials. *ACTA Universitatis Cibiniensis*, *69*(1), 23–30. <https://doi.org/10.1515/aucts-2017-0004>
212. Abbas, D. T., Othman, D. F. M., & Ali, H. B. (2017). Effect of infill Parameter on compression property in FDM Process, *7*, 16–19. <https://doi.org/10.9790/9622-0710021619>
213. Tanveer, Md. Q., Haleem, A., & Suhaib, M. (2019). Effect of variable infill density on mechanical behaviour of 3-D printed PLA specimen: an experimental investigation. *SN Applied Sciences*, *1*(12), 1701. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-1744-1>
214. Mishra, P. K., Senthil, P., Adarsh, S., & Anoop, M. S. (2021). An investigation to study the combined effect of different infill pattern and infill density on the impact strength of 3D printed polylactic acid parts. *Composites Communications*, *24*, 100605. <https://doi.org/10.1016/j.coco.2020.100605>

215. Farazin, A., & Mohammadimehr, M. (2022). Effect of different parameters on the tensile properties of printed Polylactic acid samples by FDM: experimental design tested with MDs simulation. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 118(1–2), 103–118. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-07330-w>
216. Gonzalez, Y. E., Mendoza, J. M., Durán, J. R., Vertel, L. C. T., & Rhenals-Julio, J. D. (2023). Effect of printing parameters on mechanical properties and processing time of additively manufactured parts. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 28(3), e20230111. <https://doi.org/10.1590/1517-7076-rmat-2023-0111>
217. Atakok, G., Kam, M., & Koc, H. B. (2022). Tensile, three-point bending and impact strength of 3D printed parts using PLA and recycled PLA filaments: A statistical investigation. *Journal of Materials Research and Technology*, 18, 1542–1554. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.013>
218. Mazlan, M. A., Anas, M. A., Nor Izmin, N. A., & Abdullah, A. H. (2023). Effects of Infill Density, Wall Perimeter and Layer Height in Fabricating 3D Printing Products. *Materials*, 16(2), 695. <https://doi.org/10.3390/ma16020695>
219. Birosz, M. T., Ledenyák, D., & Andó, M. (2022). Effect of FDM infill patterns on mechanical properties. *Polymer Testing*, 113, 107654. <https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2022.107654>
220. Samykano, M., Selvamani, S. K., Kadirgama, K., Ngui, W. K., Kanagaraj, G., & Sudhakar, K. (2019). Mechanical property of FDM printed ABS: influence of printing parameters. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 102(9–12), 2779–2796. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03313-0>
221. Gibson, L. J., & Ashby, M. F. (1997). *Cellular Solids: Structure and Properties* (2nd ed.). Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/cbo9781139878326>
222. Khan, N., & Riccio, A. (2024). A systematic review of design for additive manufacturing of aerospace lattice structures: Current trends and future directions. *Progress in Aerospace Sciences*, 149, 101021. <https://doi.org/10.1016/j.paerosci.2024.101021>
223. Parsompech, N., Suwanpreecha, C., Noraphaiphipaksa, N., Hararak, B., Songkuea, S., Schuschnigg, S., ... Manonukul, A. (2024). Supportless lattice structure of 316L stainless steel fabricated by material extrusion additive manufacturing: Effect of relative density on physical, microstructural and mechanical behaviour. *Materials Science and Engineering: A*, 915, 147270. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147270>
224. Köhnen, P., Haase, C., Bültmann, J., Ziegler, S., Schleifenbaum, J. H., & Bleck, W. (2018). Mechanical properties and deformation behavior of additively manufactured lattice structures of stainless steel. *Materials & Design*, 145, 205–217. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.02.062>
225. Płatek, P., Sienkiewicz, J., Janiszewski, J., & Jiang, F. (2020). Investigations on Mechanical Properties of Lattice Structures with Different Values of Relative Density Made from 316L by Selective Laser Melting (SLM). *Materials*, 13(9), 2204. <https://doi.org/10.3390/ma13092204>
226. Gonzalez-Gutierrez, J., Cano, S., Ecker, J. V., Kitzmantel, M., Arbeiter, F., Kukla, C., & Holzer, C. (2021). Bending Properties of Lightweight Copper Specimens with Different Infill Patterns Produced by Material Extrusion Additive Manufacturing, Solvent Debinding and Sintering. *Applied Sciences*, 11(16), 7262. <https://doi.org/10.3390/app11167262>
227. Atatreh, S., Alyammahi, M. S., Vasilyan, H., Alkindi, T., & Susantyoko, R. A. (2023). Evaluation of the infill design on the tensile properties of metal parts produced by fused filament fabrication. *Results in Engineering*, 17, 100954. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2023.100954>
228. Lieberwirth, C., Sarhan, M., & Seitz, H. (2018). Mechanical Properties of Stainless-Steel Structures Fabricated by Composite Extrusion Modelling. *Metals*, 8(2), 84. <https://doi.org/10.3390/met8020084>

229. Fongsamootr, T., Thawon, I., Tippayawong, N., Tippayawong, K. Y., & Suttakul, P. (2022). Effect of print parameters on additive manufacturing of metallic parts: performance and sustainability aspects. *Scientific Reports*, *12*(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-022-22613-2>
230. Jiang, D., & Ning, F. (2022). Material extrusion of stainless-steel plate-lattice structure: Part shrinkage, microstructure, and mechanical performance. *Manufacturing Letters*, *33*, 712–718. <https://doi.org/10.1016/j.mfglet.2022.07.087>
231. Jiang, D., & Ning, F. (2022). Physical-mechanical behaviors of stainless steel plate-lattice built by material extrusion additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, *309*, 117739. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2022.117739>
232. Wagner, M. A., Hadian, A., Sebastian, T., Clemens, F., Schweizer, T., Rodriguez-Arbaizar, M., ... Spolenak, R. (2022). Fused filament fabrication of stainless steel structures - from binder development to sintered properties. *Additive Manufacturing*, *49*, 102472. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102472>
233. Liu, J., Kanwal, H., Tang, C., & Hao, W. (2022). Study on flexural properties of 3D printed lattice-reinforced concrete structures using acoustic emission and digital image correlation. *Construction and Building Materials*, *333*, 127418. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.127418>
234. Tang, C., Liu, J., Hao, W., & Wei, Y. (2023). Flexural properties of 3D printed graded lattice reinforced cementitious composites using digital image correlation. *Materials & Design*, *227*, 111734. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.111734>
235. Madadi, A., Eskandari-Naddaf, H., Shadnia, R., & Zhang, L. (2018). Digital image correlation to characterize the flexural behavior of lightweight ferrocement slab panels. *Construction and Building Materials*, *189*, 967–977. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.09.079>
236. Zamani, M. H., Heidari-Rarani, M., & Torabi, K. (2022). Optimal design of a novel graded auxetic honeycomb core for sandwich beams under bending using digital image correlation (DIC). *Composite Structures*, *286*, 115310. <https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2022.115310>
237. Ma, Y., Schutyser, M. A. I., Boom, R. M., & Zhang, L. (2024). Quantification of fracture mechanics with digital image correlation guides the infill design of 3D-printed snack bars with modulated flexural properties. *Virtual and Physical Prototyping*, *19*(1), e2349679. <https://doi.org/10.1080/17452759.2024.2349679>
238. Henry, T. C., Morales, M. A., Cole, D. P., Shumeyko, C. M., & Riddick, J. C. (2021). Mechanical behavior of 17-4 PH stainless steel processed by atomic diffusion additive manufacturing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, *114*(7–8), 2103–2114. <https://doi.org/10.1007/s00170-021-06785-1>
239. Brenne, F., Niendorf, T., & Maier, H. J. (2013). Additively manufactured cellular structures: Impact of microstructure and local strains on the monotonic and cyclic behavior under uniaxial and bending load. *Journal of Materials Processing Technology*, *213*(9), 1558–1564. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.03.013>
240. Lemaitre, J., Chaboche, J.-L., Benalla, A., & Desmorat, R. (2009). *Mécanique des matériaux solides* (3e édition.). Dunod.
241. Patel, R., Riveros, G., Thompson, D., Perkins, E., Hoover, J. J., Peters, J., & Tordesillas, A. (2019). A Transdisciplinary Approach for Analyzing Stress Flow Patterns in Biostructures. *Mathematical and Computational Applications*, *24*(2), 47. <https://doi.org/10.3390/mca24020047>
242. Pellegrini, A., Palmieri, M. E., & Guerra, M. G. (2022). Evaluation of anisotropic mechanical behaviour of 316L parts realized by metal fused filament fabrication using digital image correlation. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, *120*(11–12), 7951–7965. <https://doi.org/10.1007/s00170-022-09303-z>

243. Charmi, A., Falkenberg, R., Ávila, L., Mohr, G., Sommer, K., Ulbricht, A., ... Evans, A. (2021). Mechanical anisotropy of additively manufactured stainless steel 316L: An experimental and numerical study. *Materials Science and Engineering: A*, 799, 140154. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140154>
244. Gurson, A. L. (1977). Continuum Theory of Ductile Rupture by Void Nucleation and Growth: Part I—Yield Criteria and Flow Rules for Porous Ductile Media. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 99(1), 2–15. <https://doi.org/10.1115/1.3443401>
245. Leblond, J.-B. (2003). *Mécanique de la rupture fragile et ductile*. Paris: Hermès science publications.
246. Rousselier, G. (1987). Ductile fracture models and their potential in local approach of fracture. *Nuclear Engineering and Design*, 105(1), 97–111. [https://doi.org/10.1016/0029-5493\(87\)90234-2](https://doi.org/10.1016/0029-5493(87)90234-2)
247. Tvergaard, V., & Needleman, A. (1984). Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar. *Acta Metallurgica*, 32(1), 157–169. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(84\)90213-X](https://doi.org/10.1016/0001-6160(84)90213-X)
248. Ebanda, F. B. (2012). *Etude des propriétés mécaniques et thermiques du plâtre renforcé de fibres végétales tropicales* (Thèse de Doctorat). Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II.
249. Hypothèse de la conservation des sections droites. (2006). *Techniques du bâtiment : l'enveloppe du bâtiment*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-tba1345>
250. 5.2 The Bernoulli-Euler Beam Theory | Learn About Structures. (n.d.). Retrieved September 14, 2024, from <https://learnaboutstructures.com/Bernoulli-Euler-Beam-Theory>
251. Les moments de flexion et les efforts tranchants des poutres. (2005). *Techniques du bâtiment : l'enveloppe du bâtiment*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-tba1305>
252. Timbolmas, C., Bravo, R., Rescalvo, F. J., & Gallego, A. (2022). Development of an analytical model to predict the bending behavior of composite glulam beams in tension and compression. *Journal of Building Engineering*, 45, 103471. <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2021.103471>
253. Bedmar, J., Riquelme, A., Rodrigo, P., Torres, B., & Rams, J. (2021). Comparison of Different Additive Manufacturing Methods for 316L Stainless Steel. *Materials*, 14(21), 6504. <https://doi.org/10.3390/ma14216504>
254. Ma, J., & Welo, T. (2021). Analytical springback assessment in flexible stretch bending of complex shapes. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 160, 103653. <https://doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2020.103653>
255. Digital Image Correlation (DIC). (n.d.). *Analytical Group of Companies*. Retrieved August 30, 2024, from <http://analytical-online.com/digital-image-correlation-dic.html>
256. Baconnais, M. (2019). *Méthode intégrée de corrélation d'images et de corrélation d'images virtuelles* (Thèse de Doctorat). Centrale Nantes.
257. Brox, T., Bruhn, A., Papenberg, N., & Weickert, J. (2004). High Accuracy Optical Flow Estimation Based on a Theory for Warping. In T. Pajdla & J. Matas (Eds.), *Computer Vision - ECCV 2004* (Vol. 3024, pp. 25–36). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. https://doi.org/10.1007/978-3-540-24673-2_3
258. Yue, Z., Song, Y., Li, P., Tian, S., Ming, X., & Chen, Z. (2019). Applications of Digital Image Correlation (DIC) and the Strain Gage Method for Measuring Dynamic Mode I Fracture Parameters of the White Marble Specimen. *Rock Mechanics and Rock Engineering*, 52(11), 4203–4216. <https://doi.org/10.1007/s00603-019-01830-8>
259. Berger, A. (2022). *Étude expérimentale des mécanismes et hétérogénéités de déformation d'aciers ferroviaires à gradient de microstructure* (Thèse de Doctorat). Centrale Lille Institut.

260. Lucas, B. D., & Kanade, T. (1981). An iterative image registration technique with an application to stereo vision (Vol. 2, pp. 674–679). Presented at the IJCAI'81: Proceedings of the 7th international joint conference on Artificial intelligence.
261. Horn, B. K. P., & Schunck, B. G. (1981). Determining optical flow. *Artificial Intelligence*, 17(1–3), 185–203. [https://doi.org/10.1016/0004-3702\(81\)90024-2](https://doi.org/10.1016/0004-3702(81)90024-2)
262. Kroeger, T., Timofte, R., Dai, D., & Van Gool, L. (2016). Fast Optical Flow Using Dense Inverse Search. In B. Leibe, J. Matas, N. Sebe, & M. Welling (Eds.), *Computer Vision – ECCV 2016* (Vol. 9908, pp. 471–488). Cham: Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-46493-0_29
263. Liu, X.-Y., Qin, X.-Z., Li, R.-L., Li, Q.-H., Gao, S., Zhao, H., ... Wu, X.-L. (2020). A Self-Adaptive Selection of Subset Size Method in Digital Image Correlation Based on Shannon Entropy. *IEEE Access*, 8, 184822–184833. <https://doi.org/10.1109/ACCESS.2020.3028551>
264. Korshunova, N., Alaimo, G., Hosseini, S. B., Carraturo, M., Reali, A., Niiranen, J., ... Kollmannsberger, S. (2021). Bending behavior of octet-truss lattice structures: Modelling options, numerical characterization and experimental validation. *Materials & Design*, 205, 109693. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109693>
265. Suguihiro, N. M., & Solórzano, I. G. (2016). On the initiation, growth, and coarsening of discontinuous precipitation in Cu-10 at.%Co alloy. *Journal of Materials Science*, 51(1), 71–81. <https://doi.org/10.1007/s10853-015-9391-4>

Relations entre paramètres d'un procédé d'impression 3D MIM-like et performances mécaniques de structures en acier inoxydable 316L

Résumé de thèse :

La fabrication additive métallique connaît un essor considérable depuis quelques années, avec des applications qui s'étendent dans divers secteurs, tels que l'aérospatial, l'automobile et le médical. Cependant, les procédés les plus répandus, comme la fusion sur lit de poudre, présentent des limitations notables, qu'elles soient d'ordre sécuritaire, en raison de l'utilisation de poudres métalliques volatiles, ou d'ordre économique, avec des coûts d'équipement et de fonctionnement élevés. Face à ces défis, de nouvelles technologies ont émergé, inspirées du procédé d'injection par moulage de poudres métalliques (MIM) et basées sur l'extrusion de matière. Ces technologies, souvent appelées « MIM-like », utilisent un mélange de polymères et de poudres métalliques, déposé couche par couche, suivi d'une étape de déliantage pour éliminer les polymères, puis d'un frittage visant à densifier la pièce finale.

Ces innovations permettent de réduire significativement les coûts des équipements et d'éliminer les risques liés à la manipulation de poudres libres. Toutefois, le processus de déliantage et de frittage reste majoritairement réalisé dans des fours industriels coûteux, créant une contradiction avec l'objectif initial de réduction des coûts ; ou dans des équipements propriétaires, limitant les possibilités de recherche et de personnalisation des procédés.

L'objectif principal de cette thèse est de développer une stratégie de frittage économique, adaptable à un four de laboratoire accessible, tout en garantissant des performances comparables à celles obtenues avec des procédés industriels. L'acier inoxydable 316L, largement étudié dans la littérature, a été retenu comme matériau d'étude, facilitant ainsi les comparaisons avec les travaux existants. Cet acier est habituellement fritté sous atmosphère d'hydrogène, un gaz hautement inflammable qui nécessite des dispositifs coûteux pour la détection de fuites et la gestion des risques. Par conséquent, des alternatives à l'hydrogène ont été explorées, notamment l'argon, l'azote, un mélange d'azote et d'hydrogène (90 % / 10 %), ainsi que le vide primaire. L'étude offre ainsi une vue d'ensemble des effets de ces différentes atmosphères de frittage sur la microstructure et les propriétés mécaniques des pièces produites, en les comparant aux conditions industrielles et aux normes du procédé MIM.

Enfin, l'un des grands atouts de la fabrication additive est de permettre la production de pièces complexes et allégées, impossibles à réaliser avec des procédés conventionnels. Alors que la majorité des recherches sur les procédés d'extrusion se concentre sur l'optimisation de pièces pleines, cette thèse se penche sur l'impression de structures allégées. Un motif de remplissage spécifique a été sélectionné, et l'influence de la densité de remplissage ainsi que du nombre de parois a été étudiée à travers des essais de flexion, analysés par corrélation d'images numériques. Ces expérimentations visent ainsi à fournir des lignes directrices pour le dimensionnement et l'optimisation de pièces structurelles imprimées.

Mots clefs : Fabrication additive ; Acier inoxydable ; Extrusion ; Frittage ; Microstructure ; Propriétés mécaniques

Relationship between MIM-like 3D printing process parameters and mechanical performance of 316L stainless steel structures

Thesis summary:

Metal additive manufacturing has experienced significant growth in recent years, with applications spreading across various sectors such as aerospace, automotive, and medical. However, the most common processes, like powder bed fusion, present notable limitations, whether due to safety concerns from using volatile metal powders; or economic challenges, with high equipment and operational costs. In response to these challenges, new technologies have emerged, inspired by the Metal Injection Molding (MIM) process and based on material extrusion. These technologies, often referred to as 'MIM-like,' use a mixture of polymers and metal powders, deposited layer by layer, followed by a debinding stage to remove the polymers, and then sintering to densify the final part.

These innovations significantly reduce equipment costs and eliminate the risks associated with handling unbound powders. However, the debinding and sintering processes are still mostly carried out in expensive industrial furnaces, contradicting the initial goal of cost reduction; or in proprietary equipment, limiting research and customization possibilities.

The primary objective of this thesis is to develop an economical sintering strategy, adaptable to an accessible laboratory furnace, while ensuring performances comparable to those obtained with industrial processes. Stainless steel 316L, widely studied in the literature, was chosen as the material for this study, facilitating comparisons with existing work. This steel is typically sintered under a hydrogen atmosphere, a highly flammable gas requiring expensive leak detection and risk management systems. Therefore, alternatives to hydrogen have been explored, including argon, nitrogen, a nitrogen-hydrogen mix (90%/10%), as well as primary vacuum. This study thus provides an overview of the effects of these different sintering atmospheres on the microstructure and mechanical properties of the produced parts, comparing them to industrial conditions and MIM process standards.

Finally, one of the major advantages of additive manufacturing is its ability to produce complex and lightweight parts that are impossible to create using conventional processes. While most research on extrusion processes focuses on optimizing solid parts, this thesis focuses on printing lightweight structures. A specific infill pattern was selected, and the influence of the infill density and the number of walls was studied through bending tests, analyzed using digital image correlation. These experiments aim to provide guidelines for the design and optimization of printed structural parts.

Key words: Additive manufacturing; Stainless steel; Extrusion; Sintering; Microstructure; Mechanical properties