

Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive

Olivier Andreau

► **To cite this version:**

Olivier Andreau. Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive. Autre [cond-mat.other]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2019. Français. NNT : 2019ENAM0037 . tel-02466522

HAL Id: tel-02466522

<https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02466522>

Submitted on 4 Feb 2020

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.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'ingénieur

Doctorat

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité “ Génie mécanique et matériaux ”

présentée et soutenue publiquement par

Olivier ANDREAU

Le 15/11/2019

**Nocivité en fatigue et contrôle de défauts
produits par fabrication additive**

Directeur de thèse : **Patrice PEYRE**

Codirecteur de thèse : **Nicolas SAINTIER**

Co-encadrement de la thèse : **Imade KOUTIRI, Jean-Daniel PENOT, Étienne PESSARD,**

Jury

M. Rémy DENDIEVEL
M. Jean-Yves BUFFIÈRE
M. Stéphane GODET
M. Imade KOUTIRI
M. Vincent MAUREL
M. Étienne PESSARD
M. Patrice PEYRE
M. Nicolas SAINTIER
M. Jean-Daniel PENOT

Professeur des Universités
Professeur des Universités
Professeur des Universités
Maître de conférences
Maître de recherche (HDR)
Maître de conférences
Directeur de recherche CNRS
Professeur des Universités
Expert procédés

SIMAP/GPM2
INSA Lyon
ULB
PIMM-Arts
CdM-Mines
LAMPA-Arts
PIMM-Arts
I2M-Arts
CEA

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Invité

**T
H
È
S
E**

Remerciements

Salut !

La traditionnelle page des remerciements est l'une des parties du manuscrit les plus complexes à rédiger. La thèse, qui ne débouche que sur un seul titre de docteur, est pourtant le fruit de la collaboration de nombreuses personnes... et remercier 3 ans de collaboration et d'entraide en seulement quelques lignes apparaît très réducteur. C'est la raison pour laquelle j'ai utilisé une police ridiculement petite. (c'est aussi pour t'embêter)

Je tiens avant tout à remercier les membres du jury, qui se sont penchés avec grande attention sur ce manuscrit. Jean-Yves Buffière de l'INSA Lyon, Stéphane Godet de l'Université libre de Bruxelles, Vincent Maurel de Centre des Matériaux (Mines de Paris) et Rémy Dendievel (SIMAP Grenoble), merci pour la pertinence de vos remarques et l'intérêt général porté à mes travaux de thèse.

Cette thèse a été encadrée par cinq personnes, depuis 4 endroits différents en France ! :) . Merci Patrice Peyre, directeur de recherche au CNRS au PIMM (Paris). Je ne compte plus le nombre de discussions qu'on a eues autour (ou en dehors) de ma thèse, toujours très enrichissantes et qui m'ont aidé à tenir la barre ces 3 ans. Nicolas Saintier (professeur des universités), directeur n°2, merci pour ta confiance, ton regard critique, et pour avoir trouvé le temps pour héberger nos essais de fatigue (qui dureraient beaucoup trop longtemps!) à l'I2M à Bordeaux. Merci Imade Koutiri pour tes conseils pratiques, ta disponibilité et ta bonne humeur! Merci Jean-Daniel Penot pour ta sagacité et tes conseils lors de mes passages à Digiteo au CEA Saclay. Enfin, merci à Étienne Pessard pour ton enthousiasme, ta disponibilité et ton investissement dans ces travaux. J'espère que tu as pu trouver le sommeil entre deux relances du vibrophore au LAMPA (Angers).

À Digiteo, merci à Marius Costin, Adrien Stolidi, et Caroline Vienne pour m'avoir montré comment dompter la cellule Viscom et faire des acquisitions tomographiques rayons X super correctes. Merci Cécé pour m'avoir montré l'envers du décor. Merci Jean-Paul Garandet pour ton regard avisé. À l'I2M, merci à Mohamed Elmay et Jonathan Merzeau pour le temps consacré à nos essais bizarres. Merci à Thierry Baudin de l'ICMMO pour la lumière que tu as apporté aux travaux sur la microstructure. Au PIMM, vous êtes beaucoup trop nombreux, damn! Merci Corinne Dupuy pour les mille trucs et astuces qui font fonctionner une SLM 125. Merci Cyril Gorny pour ton aide sur... toutes les machines? Merci Fred Coste pour avoir maintenu les ordis en marche. Merci Morgan Dal, je pense que je te dois quelques clopes. Merci Vincent Michel pour les acquisitions DRX. Laurent Berthe, je me souviendrai longtemps de ton rire (et, hélas, de ta sonnerie de téléphone). Merci aux anciens directeurs, nouveaux, maîtres de conf, PRAG, professeurs, techniciens, ingés de recherche, et anciens PIMM pour leur aide apportée aux multiples caractérisations des échantillons (méca, microstructure, compo...) et démarches diverses et variées. Merci Mr Meksem pour ces nombreux sandwiches jambon cru tomate séchées qui ont illuminé les pauses dej'.

Merci les thésards en Laser, ça a pas dû être simple de me supporter tout ce temps, mais j'espère que vous reverrai un de ces quatre, à la Fût Gueuse ou ailleurs! Allez, en vrac: Maxime Sagnard, Simon Bardy, Abbas Hamie, Socona Traore, Yaasin Mayi, Agathe Reille, Élise Ferreira, Alexandre Rondepierre, Khaled Ayfi. Bisous aux polyméristes. Tenez le coup, la fin approche et le jeu en vaut la chandelle! Je n'oublierai évidemment pas les deux comparses d'escalade et de vélo au milieu des moutons: la gracieuse Marine Scius Bertrand et l'éternel Thibaut De Terris! Je sais qu'ils n'oublieront pas d'aller grimper 2 fois par semaine (minimum).

Merci la famille pour m'avoir soutenu pendant ces trois ans! Un premier docteur dans la famille, mais mieux vaut ne pas tomber malade...

Enfin, merci les potes, et les colocs, de m'avoir rappelé que travailler c'est bien, mais boire des coups ça reste quand même le principal. Même si je ne connaîtrai peut-être jamais l'identité de Brocojésus, j'aime croire qu'il est présent en chacun d'entre vous (trop de <3). On se revoit bientôt, et je vous mettrai la raclée au Perudo.

Et puis merci à toi, lecteur, de porter attention à mes travaux. N'hésite pas à me contacter si tu as des questions. Tu me trouveras sur internet.

La bise!

« Bien mal acquis vaut mieux que deux tu l'auras »

-Broc

Table des matières

| | |
|---|-----|
| Introduction | 5 |
| Chapitre I : Point bibliographique sur le procédé SLM, l'acier 316L et les propriétés mécaniques associées | 7 |
| I.1. Fabrication additive et procédé SLM..... | 7 |
| I.1.1. Des débuts du prototypage rapide à la production de pièces..... | 7 |
| I.1.2. Principales méthodes de fabrication additive métallique | 8 |
| I.1.3. Déroulement d'une fabrication SLM..... | 13 |
| I.1.4. Physique du procédé SLM..... | 17 |
| I.2. Acier 316L : caractéristiques et propriétés des pièces SLM..... | 39 |
| I.2.1. Les aciers inoxydables..... | 39 |
| I.2.2. Acier 316L..... | 41 |
| I.2.3. Fabrication de pièces en 316L via SLM..... | 42 |
| I.2.4. Tenue en fatigue du 316L SLM..... | 55 |
| I.3. Conclusion | 65 |
| Chapitre II : Contrôle de la porosité et de la microstructure | 67 |
| II.1. Moyens de fabrication | 68 |
| II.1.1. Machine de fabrication additive | 68 |
| II.1.2. Logiciels d'exploitation..... | 69 |
| II.1.3. Poudre d'acier 316L | 70 |
| II.2. Caractérisation des échantillons..... | 71 |
| II.2.1. Observations 2D optiques, EBSD | 71 |
| II.2.2. Préparation des échantillons | 72 |
| II.2.3. Détection et analyse de la porosité sous Python..... | 72 |
| II.2.4. Dimensions, formes et position des échantillons sur le plateau de fabrication .. | 74 |
| II.3. Influence des paramètres SLM sur la distribution de pores..... | 75 |
| II.3.1. Impact de la densité volumique d'énergie (VED)..... | 75 |
| II.3.2. Influence du recouvrement latéral des cordons sur la population de manques de fusion | 83 |
| II.3.3. Influence de la stratégie de lasage sur la population des pores de <i>keyhole</i> | 92 |
| II.4. Microstructure et texture de pièces à stratégie de balayage laser simples..... | 96 |
| II.4.1. Rappels bibliographiques. Microstructure et texture d'alliages à cristallographie CFC mis en forme par SLM..... | 96 |
| II.4.2. Fabrication d'échantillons avec une stratégie unidirectionnelle..... | 98 |
| II.4.3. Morphologies et dimensions de cordons | 99 |
| II.4.4. Caractérisation des grains en EBSD | 101 |
| II.4.5. Caractérisation de la texture en EBSD | 105 |

| | | |
|--|--|-----|
| II.4.6. | Texturation par croissance épitaxiée..... | 108 |
| II.5. | Influence du balayage angulaire sur la texture et la microstructure..... | 112 |
| II.5.1. | Impact de la direction de scan laser sur la morphologie de cordon | 112 |
| II.5.2. | Angle de scan interdit | 113 |
| II.5.3. | Impact de la limitation angulaire sur la microstructure | 114 |
| II.6. | Conclusion..... | 115 |
| Chapitre III : Impact d'une population stochastique de défauts sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles..... | | 119 |
| III.1. | Éléments bibliographiques..... | 120 |
| III.1.1. | Méthodes de détection non destructives de porosités en fabrication additive métallique | 120 |
| III.1.2. | Tenue en fatigue et population de défauts..... | 123 |
| III.2. | Caractérisation et choix des populations de défauts étudiées..... | 127 |
| III.2.1. | Loi de Gumbel..... | 128 |
| III.2.2. | Caractérisation statistique de la population de défauts des lots étudiés au chapitre II | 128 |
| III.2.3. | Génération de cylindres et comparaison à un paramétrage optimisé | 130 |
| III.3. | Étude préliminaire : tenue mécanique de pièces élaborées dans des conditions optimisées..... | 132 |
| III.3.1. | Caractérisation de la population de défauts pour un paramétrage optimisé. | 132 |
| III.3.2. | Propriétés monotones et cycliques du 316L SLM optimisé..... | 135 |
| III.3.3. | Essais de fatigue à grand nombre de cycles du 316L SLM optimisé..... | 139 |
| III.4. | Fabrication et caractérisation d'échantillons contenant des populations stochastiques de défauts | 145 |
| III.4.1. | Paramétrage laser pour la fabrication | 145 |
| III.4.2. | Préparation des échantillons..... | 146 |
| III.4.3. | Caractérisation 2D de la position des défauts et de la microstructure..... | 146 |
| III.4.4. | Caractérisation 3D de la population de défauts..... | 148 |
| III.5. | Impact des populations de pores à cœur sur la limite de fatigue à 10^6 cycles | 152 |
| III.5.1. | Paramétrage des essais de fatigue | 152 |
| III.5.2. | Impact du taux de porosité | 153 |
| III.5.3. | Analyse des faciès de rupture..... | 154 |
| III.5.4. | Dimensions des défauts critiques | 158 |
| III.5.5. | Criticité des pores internes | 159 |
| III.6. | Détection des pores critiques en tomographie X | 162 |
| III.6.1. | Pores de contour | 162 |
| III.6.2. | Dimension maximale de pore interne..... | 164 |
| III.6.3. | Porosité maximale admissible à cœur | 164 |

| | | |
|--|---|-----|
| III.7. | Bilan des essais de fatigue à grand nombre de cycles..... | 166 |
| III.8. | Conclusion..... | 168 |
| Chapitre IV : Génération et caractérisation de l'impact de défauts déterministes internes sur la tenue en fatigue..... | | 171 |
| IV.1. | État de l'art : défauts déterministes | 172 |
| IV.1.1. | Génération de défauts | 172 |
| IV.1.2. | Contrôle de la morphologie de défaut..... | 172 |
| IV.1.3. | Caractérisation mécanique en fatigue | 174 |
| IV.2. | Elaboration d'échantillons contenant des défauts déterministes..... | 177 |
| IV.2.1. | Modèle de défaut | 177 |
| IV.2.2. | Méthodes de caractérisation des défauts..... | 178 |
| IV.2.3. | Optimisation des défauts déterministes | 182 |
| IV.2.4. | Santé matière et microstructure de la matrice..... | 193 |
| IV.2.5. | Bilan de l'optimisation paramétrique | 196 |
| IV.3. | Influence d'un défaut déterministe en fatigue..... | 196 |
| IV.3.1. | Fabrication et caractérisation des échantillons | 196 |
| IV.3.2. | Récapitulatif des essais | 198 |
| IV.3.3. | Influence de défaut interne centré..... | 199 |
| IV.3.4. | Influence de la distance au bord..... | 205 |
| IV.3.5. | Amorçage à cœur ou en surface : mécanismes de propagation de la fissure | 209 |
| IV.4. | Bilan de tous les essais en fatigue à grand nombre de cycles | 213 |
| IV.5. | Conclusion..... | 215 |
| Conclusion générale | | 217 |
| Perspectives | | 219 |
| Références | | 220 |
| V : | Annexes | 239 |
| V.1. | Définition des acronymes | 239 |
| V.2. | Démonstrations analytiques | 240 |
| V.2.1. | Hauteur de poudre réelle..... | 240 |
| V.2.2. | Critère de Tang et Pistorius [89] | 241 |
| V.3. | Caustique du laser | 243 |
| V.4. | Tomographe rayons X du CEA Digiteo | 244 |
| V.5. | Caractérisation mécanique des pièces..... | 245 |
| V.5.1. | Machine de traction | 245 |
| V.5.2. | Machine hydraulique | 245 |
| V.5.3. | Vibrofore du LAMPA..... | 246 |
| V.5.4. | Vibrofore de l'I2M..... | 246 |

| | |
|---|-----|
| V.6. Microscopie optique | 247 |
| V.6.1. Microscope optique..... | 247 |
| V.6.2. Évolution de la porosité moyenne en fonction du nombre de clichés | 247 |
| V.7. Microscopie électronique | 248 |
| V.7.1. Zeiss EVO MA10..... | 248 |
| V.7.2. Philips XL 40 et logiciels d’acquisition EBSD..... | 249 |
| V.8. Résultats des essais de fatigue..... | 249 |
| V.8.1. Santé matière optimisée – chapitre III | 249 |
| V.8.2. Population stochastique de défauts - chapitre III | 250 |
| V.8.3. Défauts déterministes – chapitre IV | 251 |
| V.9. Plans d’éprouvettes mécaniques..... | 252 |
| V.9.1. Éprouvettes de traction..... | 252 |
| V.9.2. Éprouvettes d’écrouissage cyclique | 253 |
| V.9.3. Éprouvettes de fatigue cylindriques..... | 254 |
| V.10. Fabrication d’un pore aligné sur une couche et aligné à mi-couche..... | 255 |
| V.11. Paramètres optimisés et paramètres constructeur | 256 |
| V.12. Influence de la chronologie de fabrication | 258 |
| V.13. Hauteur des pores déterministes avec les paramètres <i>downskin</i> – chapitre IV.... | 259 |
| Publications et conférences | 260 |

INTRODUCTION

Le procédé de fusion sélective lit de poudre SLM est aujourd'hui la méthode de Fabrication Additive (FA) métallique la plus répandue dans l'industrie. Plus généralement, l'intérêt de la FA est maintenant largement admis et de nombreux grands groupes ont investi lourdement dans ce domaine (GE, Safran, ArianeGroup...) afin de réduire le coût des pièces produites, tout en augmentant leur complexité et technicité. Dans un même registre, la quantité de publications sur le procédé, et en particulier les études mécaniques et microstructurales des pièces produites a décuplé depuis les années 2010 [1]. Enfin, en France, de nombreux groupes de recherche et plateformes de collaborations se développent autour de la FA, avec notamment le projet Additive Factory Hub (AFH) implanté à Paris-Saclay.

Dans l'industrie, la bonne tenue mécanique des pièces, et en particulier la tenue en fatigue à grand nombre de cycles, est au cœur des attentions. L'un des obstacles principaux freinant l'industrialisation à grande échelle de la FA est la présence de défauts (surfaiques ou internes) au sein des pièces créées, pouvant affecter leurs propriétés mécaniques. Cependant, encore peu d'études traitent en profondeur de la relation entre les défauts et la tenue en fatigue à grand nombre de cycles des pièces fabriquées en SLM. Plus précisément, l'impact de la taille et de la position des défauts, pour des pièces aux microstructures spécifiques du procédé SLM, est un sujet qui reste encore peu documenté. Dans ce contexte, les travaux réalisés pendant ces trois années de thèse proposent une caractérisation précise de la nocivité des défauts en fatigue, sur des pièces en acier 316L fabriquées avec le procédé SLM. Une approche combinant optimisation du procédé, caractérisation de défauts réels et de défauts modèles est ainsi proposée dans ce mémoire.

Afin d'introduire cette étude et les différents volets qui la composent, ce manuscrit commencera par une étude bibliographique détaillée passant en revue les avancées les plus récentes sur l'optimisation et les propriétés microstructurales et mécaniques de l'acier 316L élaboré par SLM.

La première partie des travaux expérimentaux réalisés pendant la thèse portera sur le contrôle de la santé matière, couplée à une caractérisation de la tenue en fatigue de pièces représentatives du procédé SLM, c'est-à-dire contenant une population de défauts stochastiques. Cette étude sera également associée à une analyse fine des microstructures obtenues, largement dépendantes, tout comme les populations de défauts, des conditions de mise en œuvre du procédé.

Enfin, le procédé SLM sera utilisé pour générer volontairement des défauts modèles et identifier leur nocivité en fatigue. La liberté de design et la précision qu'offre le procédé SLM permet ainsi d'intégrer des défauts contrôlés (cavités) submillimétriques dans des pièces. Ce type de défaut est complexe à réaliser avec les procédés usuels de mise en forme des matériaux, ou avec les autres procédés de FA métallique. Si l'intégration volontaire de défauts contrôlés dans une pièce paraît contre-intuitive dans une optique de performance industrielle, connaître et maîtriser les caractéristiques d'un défaut (taille, morphologie, position) permet d'en identifier les paramètres clés, pouvant ainsi amener à considérer de nouveaux critères de tolérance lors de l'élaboration des pièces.

Les travaux réalisés dans cette thèse seront donc organisés en quatre chapitres :

Chapitre I : Une étude bibliographique sur le procédé SLM et sa physique, avant de présenter les caractéristiques mécaniques et microstructurales de l'acier 316L obtenues par SLM

Chapitre II : L'identification des grandeurs du procédé SLM influant sur les populations de défauts et la microstructure des pièces fabriquées

Chapitre III : L'étude de l'influence de différentes populations internes de défauts aléatoires sur les performances en fatigue de pièces issues de la fabrication additive

Chapitre IV : L'étude de l'influence de défauts internes modèles, de tailles et positions contrôlées, sur les performances en fatigue de pièces issues de la fabrication additive

CHAPITRE I : POINT BIBLIOGRAPHIQUE SUR LE PROCEDE SLM, L'ACIER 316L ET LES PROPRIETES MECANIQUES ASSOCIEES

L'étude de la résistance en fatigue de l'acier 316L produit par la méthode de fusion sélective par laser (ou SLM), en lien avec les défauts naturels du procédé ou insérés volontairement dans une pièce aborde plusieurs domaines scientifiques distincts. Le but de la première partie de ce chapitre bibliographique est de remettre le procédé SLM dans le contexte global de la FA tout en justifiant le choix de cette méthode de fabrication pour les thématiques abordées dans la thèse. Le procédé, ainsi que les principales grandeurs physiques associées seront décrits à travers un état de l'art le plus récent et avancé possible. La deuxième partie s'intéressera à l'acier inoxydable 316L, qui est le matériau utilisé dans la thèse, et qui fait encore l'objet d'un grand nombre de publications. L'accent sera alors mis sur la mise en œuvre de ce matériau par SLM, en s'attardant sur ses propriétés microstructurales et ses performances mécaniques sous sollicitation statique ou cyclique.

I.1. Fabrication additive et procédé SLM

I.1.1. Des débuts du prototypage rapide à la production de pièces

Le concept de la FA prend peut-être ses origines il y a plus d'un siècle, avec le brevet de Peacock sur la fabrication de fer à cheval par empilement de couches successives [2]. Ce n'est cependant que dans la période des années 1960-1980 que furent déposés les premiers brevets sur la production directe de pièces en 3D en polymère. L'une des premières tentatives de fabrications d'objets solides a eu lieu à la fin des années 60 au Battelle Memorial Institute dans l'Ohio (USA), où deux lasers de longueur d'onde différentes étaient focalisés dans une cuve de photopolymère, dans le but de solidifier le matériau à leur point d'intersection. [1] Les prémices du prototypage rapide apparurent en 1980 avec les travaux de Kodama [3] où il décrit la fabrication d'objets en 3D via trois différentes méthodes, dont une utilisant des rayons ultraviolets, des masques et une résine photosensible pour empiler des couches de matériau solidifié de 2 mm d'épaisseur, ce qui lui permit de reproduire un modèle de maison en 27 couches (Figure I-1a). Deux brevets majeurs à l'origine de la stéréolithographie furent déposés quelques années plus tard à un mois d'intervalle en 1984 par Jean-Claude André [4] et Chuck Hull [5]. Le brevet français fut finalement abandonné et Chuck Hull fonda l'entreprise 3D Systems en 1986, qui produisit le SLA-1, la première machine de stéréolithographie commerciale (Figure I-1 b)).

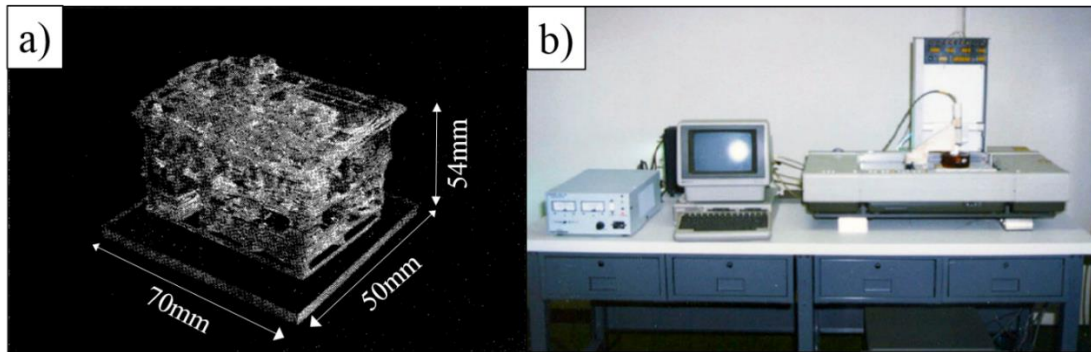


Figure I-1: a) Modèle de maison fabriqué par Kodama en résine b) Machine SLA-1 de 3D Systems.

En 1991, trois nouvelles méthodes de FA polymère furent développées :

- Le *Solid Ground Curing* par Cubital : empilement de couches solides de photopolymère après une passe de lumière UV partiellement occultée par un masque
- La stratoconception par Helisys: découpe d'un matériau laminé (papier, polymère, métal) par un laser guidé et empilement des couches
- Le *Fused Deposition Modeling* (FDM) par Stratasys : extrusion d'un filament de thermoplastique chauffé et empilement des couches fondues de matériau.

La dernière méthode s'est répandue au sein du grand public, et permet aujourd'hui d'accéder à la FA polymère à moindre coût. Dans les années 90 apparurent les premières méthodes de FA métallique. En 1995, la compagnie EOS commercialisa la première machine de fusion de lit de poudre métallique par laser : EOSINT M 250. Le procédé est alors baptisé *Direct Metal Laser Sintering* (DMLS) [6]. Ce développement marqua les débuts de l'outillage rapide, avec la possibilité de fabriquer des moules métalliques pour l'industrie. Ce procédé est à l'origine du nom de marque lexicalisé « SLM » (*Selective Laser Melting* ou fusion laser sélective), aujourd'hui largement répandu. D'autres méthodes utilisant des poudres métalliques virent le jour avec le procédé de fusion par laser de poudre projetée (LENS) par Optomec en 1998 [7], puis la commercialisation en 2002 des premières machines Arcam [8] avec le procédé de fusion de lit de poudre par faisceau d'électrons (EBM).

La popularisation de ces nouvelles méthodes chez les industriels a fait de la production en série par FA un enjeu majeur pour le futur. Le marché des machines de FA métallique connaît un essor exponentiel depuis les dix dernières années, avec un parc mondial de plus de 5500 machines en 2017 contre moins de 1000 en 2010. [1]

1.1.2. Principales méthodes de fabrication additive métallique

La fabrication additive est décrite comme un procédé permettant de joindre des matériaux à partir d'un modèle 3D, souvent couche par couche, ce qui s'oppose aux méthodes soustractives usuelles de type usinage [9]. Aujourd'hui, un grand nombre de procédés de FA métallique sont utilisés dans l'industrie, et se divisent en plusieurs catégories distinctes comme illustré Figure I-2.

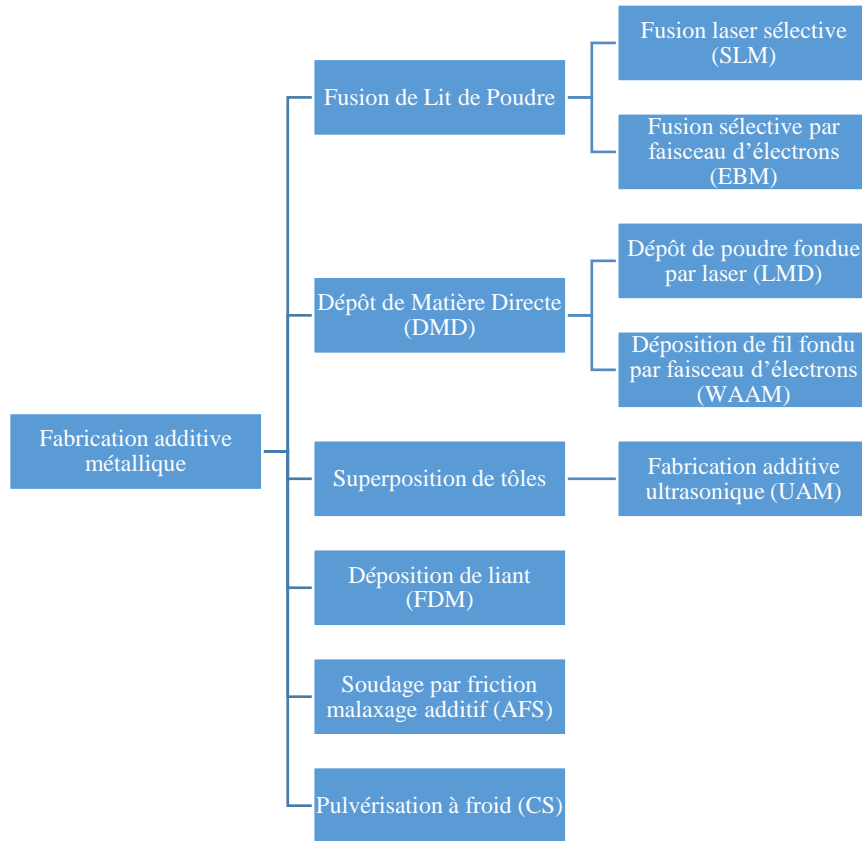


Figure I-2: Principales méthodes de fabrication additive métallique

Ces procédés diffèrent, tant par la forme du matériau source que par les moyens utilisés pour le mettre en œuvre.

1.1.2.1. Procédés de fusion de lit de poudre

Les procédés de fusion de lit de poudre consistent à faire fondre, à l'aide d'un faisceau d'énergie, une fine couche de poudre étalée au préalable sur un plateau de fabrication. Chaque couche fondue par la source d'énergie correspond à une couche « virtuelle » découpée dans le fichier 3D numérique source. Une fois la couche fondue selon un schéma prédéfini, le plateau de fabrication descend d'une hauteur constante prédéfinie par l'utilisateur, puis le racleur superpose une nouvelle couche de poudre. Cette nouvelle couche sera fondue sur la première par le faisceau d'énergie, jusqu'à ce que toutes les couches virtuelles soient reproduites. L'empilement de toutes les couches permet d'obtenir, à l'issue de la fabrication, la pièce 3D finie. Deux procédés majeurs sont disponibles en fusion de lit de poudre : le procédé SLM et l'*Electron Beam Melting* (EBM), illustrés Figure I-3.

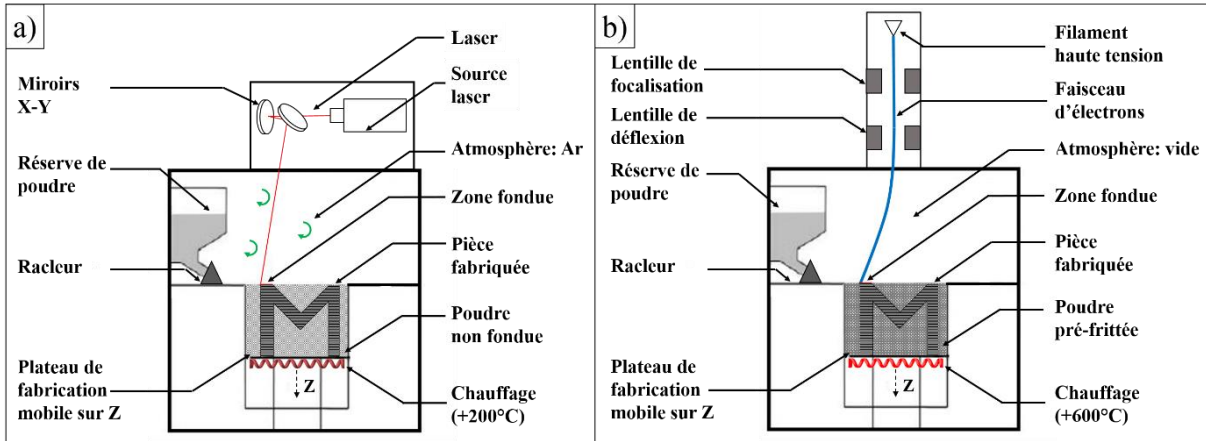


Figure I-3: a) Schéma du procédé SLM b) Équivalent pour le procédé EBM. Adapté de Suard [10]

La différence fondamentale entre le procédé SLM et EBM se situe dans la source d'énergie utilisée pour fondre la poudre. Le procédé SLM utilise un laser, tandis que le procédé EBM utilise un faisceau d'électrons. Ce dernier nécessite l'absence d'atmosphère (vide $<2.10^{-3}$ mbar, avec de l'hélium résiduel [11]) dans la chambre pour éviter l'interaction entre les électrons du faisceau et les atomes du gaz environnant. À l'inverse, le procédé SLM pourrait fonctionner sous atmosphère ambiante mais cette dernière est généralement inertée avec un gaz en légère surpression de type Argon (Ar) pour éviter que les pièces ne s'oxydent à haute température avec l'oxygène de l'air. La teneur en oxygène pour le bon déroulement d'une fabrication SLM ne doit généralement pas dépasser quelques centaines de ppm [12]. Les deux procédés peuvent utiliser des supports de fabrication, servant à évacuer la chaleur et limiter l'effondrement des pièces dans les zones en contre-dépouille. Néanmoins, grâce à la bonne conductivité thermique de la poudre pré-frittée en EBM, ainsi que la température élevée du plateau de fabrication chauffé, ce procédé nécessite moins de supports que le procédé SLM. Cela permet aussi de limiter les contraintes résiduelles dans les pièces finies.

1.1.2.2. Dépôt de Matière Directe

Le procédé DMD consiste à ajouter directement de la matière sur une surface, sans étalement de couche de matériau brut au préalable. Le matériau est amené puis fondu devant une source d'énergie. La tête et/ou le plateau de fabrication étant mobiles sur 5 axes dans les machines industrielles, à l'image des machines d'usinage modernes, il n'y a pas ou peu de supports de fabrication car la pièce peut être réorientée pendant la fabrication. L'inertage gazeux pour éviter l'oxydation pendant la fabrication se fait généralement localement via des buses coaxiales à la tête de fabrication (Figure I-4), mais certaines machines peuvent travailler sous inertage total (applications sur Titane).

Les procédés LMD (*Laser Metal Deposition* Figure I-4a) et WAAM (*Wire Arc Additive Manufacturing* Figure I-4 b)) se distinguent principalement par leur matériau d'apport. En LMD, la poudre est transportée grâce à un gaz vecteur, en général coaxialement au faisceau laser. En WAAM, le matériau d'apport est un fil, qui est fondu à l'aide d'un arc électrique.

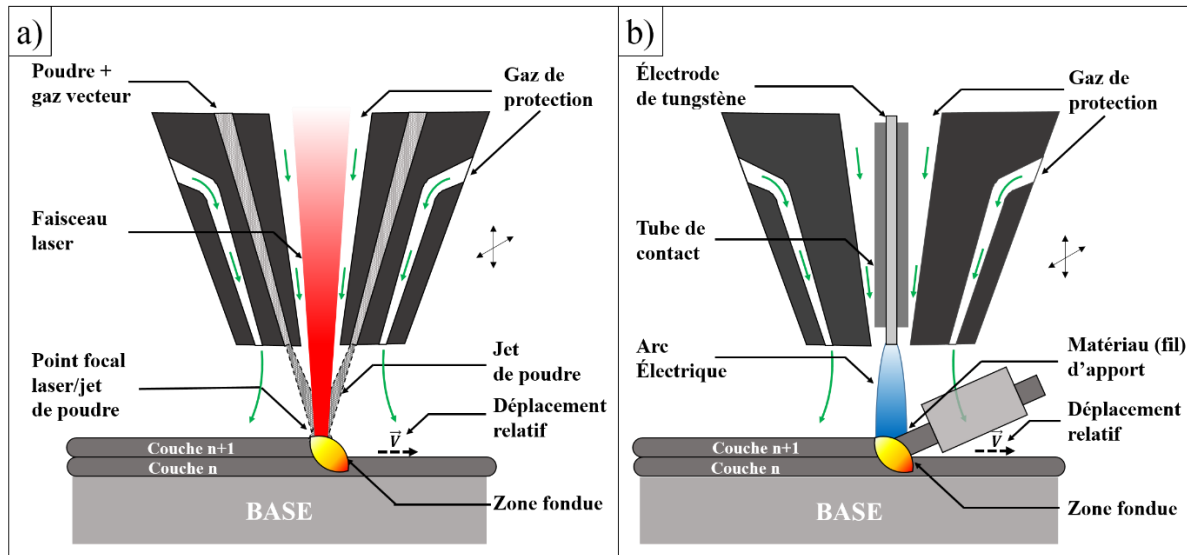


Figure I-4: a) Procédé LMD b) Procédé WAAM

Il existe aussi des systèmes à fil fondu utilisant un laser comme source d'énergie. Outre leur capacité à produire directement des pièces de grandes dimensions, ces procédés s'avèrent prometteurs pour la réparation ou la fonctionnalisation de pièces déjà existantes. On parle alors de rechargement [13]. Un des autres avantages majeurs du procédé LMD est la possibilité de fabriquer des pièces à gradient de matériaux. Il est en effet possible de connecter plusieurs réservoirs de poudres différentes pour alimenter la buse, et de régler indépendamment le débit de chaque type de poudre. [14]

1.1.2.3. Autres méthodes

Les procédés de fusion de lit de poudre et DMD sont les plus répandus dans l'industrie en FA métallique à l'heure actuelle. Cependant, d'autres procédés peuvent être mis en œuvre pour mettre en forme le métal sans le fondre, comme illustré Figure I-5.

Le friction-malaxage additif (AFS Figure I-5 a)) utilise la méthode de friction-malaxage classique utilisée dans l'aérospatial [15] en la combinant avec un matériau d'apport. Cette nouvelle méthode consiste à assembler une poudre grossière apportée par une vis sans fin (ou un fil guidé) avec un substrat, à l'aide d'un pion rotatif amenant le tout dans un état pâteux.

Le laminage additif par ultrasons (UAS Figure I-5 b)) consiste à souder des tôles laminées à l'état solide par une sonotrode appliquant une force constante normale au plan de fabrication, couplée à des vibrations ultrasoniques perpendiculaires à la direction de déplacement de la tôle. Ce procédé pourrait notamment permettre l'intégration de circuits électroniques entre les tôles laminées. [16]

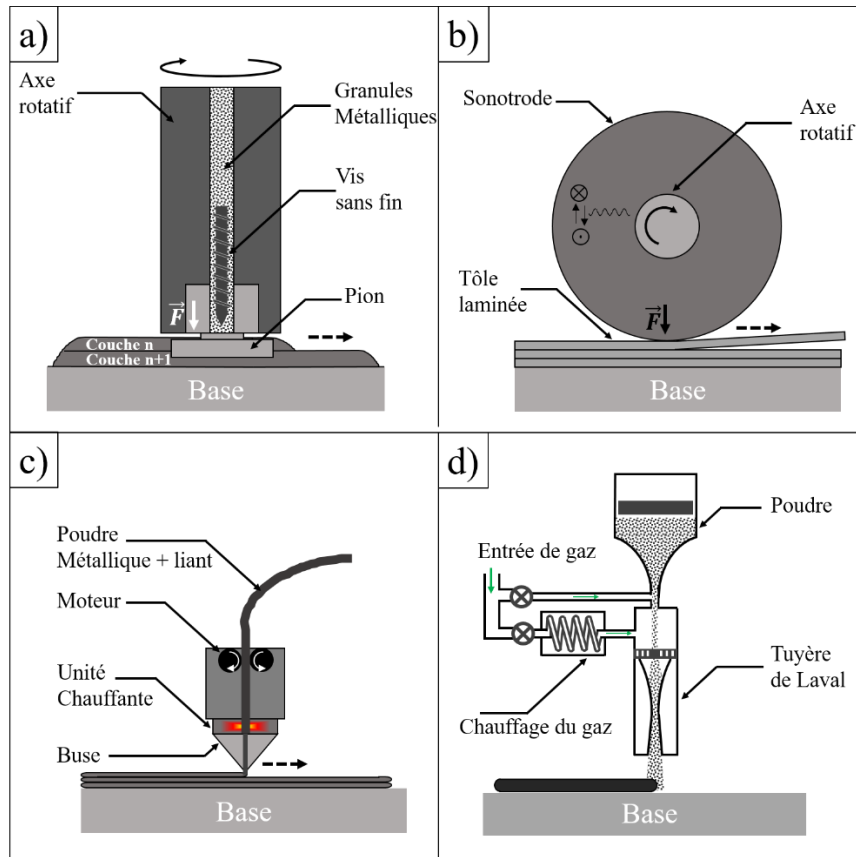


Figure I-5: a) Friction-malaxage additif b) Laminage additif par ultrasons c) Dépôt de poudre métallique et liant (FDM) d) Pulvérisation à froid (CS)

Le dépôt de poudre via liant fondu (FDM Figure I-5 c)) est semblable aux procédés polymères de dépôt de fil fondu. Le fil constitué de poudre et de liant est entraîné par un moteur, puis chauffé et extrudé par une buse à un diamètre inférieur. Une fois la pièce finale en liant et poudre obtenue, celle-ci est traitée thermiquement de manière à éliminer le liant et fritter la poudre métallique. Un avantage majeur est sa facilité d'utilisation et d'installation, avec des machines proches des machines polymères du grand public. La poudre étant emprisonnée dans un liant métallique, les contraintes de sécurité habituellement imposées pour les méthodes à base de poudre ne s'appliquent pas.

La pulvérisation à froid ou *Cold Spray* (CS Figure I-2 d)) consiste à accélérer des grains de poudre à des vitesses supersoniques à l'aide d'un gaz à haute pression (jusqu'à 50 bars et 1100 °C) pour les projeter sur un substrat. L'adhésion des particules de poudre au substrat est assurée par leur déformation plastique.

Plusieurs facteurs limitent l'utilisation de ces quatre procédés pour fabriquer des pièces complexes en série avec une bonne tenue mécanique. Les procédés AFS et UAM nécessitent un post-traitement de rectification par usinage important et coûteux pour obtenir une pièce aux dimensions et à l'état de surface désiré. Pour le moment, ces méthodes sont restreintes à des géométries relativement simples. La technologie FDM, bien que précise, ne permet pas d'obtenir des pièces complètement denses, ce qui dégrade grandement leurs propriétés mécaniques. De plus, la nécessité de faire un frittage induit de nouvelles problématiques liées à la réduction des dimensions. Ce procédé est pour le moment restreint au prototypage rapide.

Enfin, le *Cold Spray* est principalement utilisé pour la réparation de pièces ou le dépôt de revêtements métalliques.

Les principales grandeurs représentatives des 4 procédés majeurs en FA sont présentées Tableau I-1.

| Procédé | SLM | EBM | LMD | WAAM |
|---|-----------------|-------------------|-------------------|--------------------|
| Rendement de fabrication (cm³.h⁻¹)¹ | 10-40 [17] | 55-80 [18] | 150 [19] | 600 [19] |
| Taille de la source d'énergie (µm) | 50-100 [20] | 100-500 [21] | 500-4000 [21] | >1200 [21] |
| Taille caractéristique de zone fondue (µm) | 100-200 [20] | 200-1400 [22] | 1000-4000 [23] | 2500-10000 [19] |
| Rugosité minimale (µm) | 7-15 [24,25] | 15-100 [26,27] | 15 [23] | ∅ ² |
| Densité atteignable (%) | >99,9 [28] | >99,5 [29] | >99,9 [30] | >99,9 [31] |
| Longueur caractéristique de pièce (cm) | 1-50 [21] | 1-50 [21] | 50-200 [32] | >100 cm [33] |

Tableau I-1: Synthèse des grandeurs usuelles liées aux principaux procédés de fabrication additive métallique

Les procédés LMD et WAAM sont principalement réservés pour la fabrication de pièces de grandes dimensions. De plus, compte tenu des dimensions des zones fondues, la précision des procédés ne permet pas de reproduire fidèlement des détails submillimétriques sur des pièces de FA.

Les procédés SLM et EBM offrent une meilleure précision, qui va de pair avec une dimension de zone fondue plus faible, ainsi que des rendements de fabrication plus faibles que les méthodes DMD. Du fait de la taille de faisceau plus importante en EBM qu'en SLM, le procédé ne permet pas d'atteindre des rugosités aussi faibles qu'en SLM. En conséquence, le procédé SLM est a priori le plus performant pour générer des pièces aux géométries complexes de faibles dimensions.

I.1.3. Déroulement d'une fabrication SLM

La génération d'une pièce via le procédé SLM rassemble un grand nombre d'étapes avant et après la fabrication. Le choix des paramètres de fabrication et leur influence seront développés ultérieurement.

¹ Données approximatives constructeur pour une seule source d'énergie. Des productivités plus élevées sont attendues en multipliant les sources laser/d'électrons en SLM et EBM.

² Non mesurable

1.1.3.1. Conception du fichier source

Comme tous les autres procédés de FA, la création d'une pièce en SLM commence par sa conception en 3D puis la génération du fichier STL correspondant. Ce format de fichier est généralement compatible avec toutes les plateformes de FA. À partir d'un fichier 3D dessiné sur un logiciel comme CATIA ou SolidWorks, le passage en STL va consister à mailler toutes les surfaces de la pièce en un assemblage en trois dimensions de triangles. En SLM, les deux miroirs qui orientent le laser sur les axes X et Y n'ont pas la possibilité de faire des trajectoires courbes. Chaque courbe est en fait reproduite par une succession de trajectoires rectilignes dont la longueur dépend de la précision du maillage dans le fichier STL. Du nombre de triangles utilisés pour représenter la surface dépend donc la qualité du maillage, et intrinsèquement la précision de la pièce finale. Une sphère parfaitement définie Figure I-6 a) peut ainsi être maillée avec différentes précisions comme illustré Figure I-6 b) et Figure I-6 c).

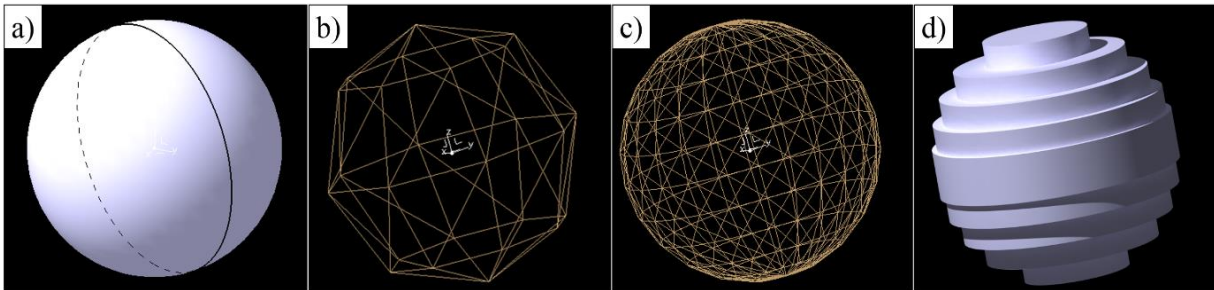


Figure I-6: Visualisation d'une sphère a) Modèle, b) Après maillage grossier, c) Après maillage fin, d) Après découpage en 10 couches 2D.

Pour des pièces de petites dimensions, il convient de les mailler finement, de manière à s'assurer de ne pas perdre d'informations avant la fabrication. Toutefois, un compromis doit être trouvé pour les pièces de grandes dimensions, où le nombre de trajectoires laser calculées peut devenir trop important pour le processeur de la machine de fabrication dans le cas d'un maillage trop fin et d'un fichier STL trop volumineux.

1.1.3.2. Préparation du fichier SLM

Une fois les fichiers STL générés, ceux-ci sont importés sur un plateau virtuel de mêmes dimensions que le plateau de fabrication de la machine. La position et l'orientation de la pièce peuvent aider à minimiser le temps de fabrication ou maximiser le nombre d'échantillons sur un plateau.

Sur la Figure I-7, pour une hauteur de couche fixée, l'éprouvette A sera fabriquée en 1.3 et 4.7 fois plus de temps que les éprouvettes B et C respectivement. Le nombre de couches de poudre nécessaires pour fabriquer l'éprouvette A est en effet 4 fois plus important que le nombre de couches nécessaire pour fabriquer l'éprouvette C, et le temps de mise en couche peut constituer une part importante du temps de fabrication total, notamment pour des pièces de faible section. En revanche, on pourra placer jusqu'à 40 éprouvettes verticales (A) sur le plateau de fabrication, contre seulement 10 dans le cas de l'éprouvette horizontale (C).

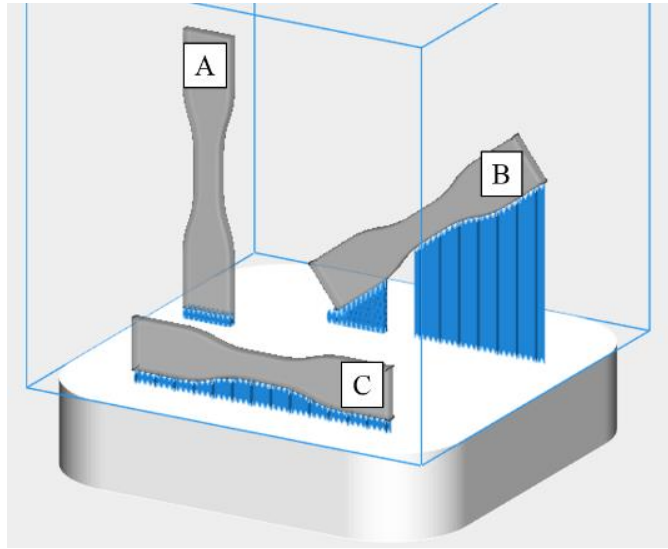


Figure I-7: Visualisation d'une éprouvette de traction (gris) et des supports (bleu) sur un plateau virtuel de fabrication avec 3 orientations possibles

L'orientation peut aussi avoir des conséquences importantes sur la tenue mécanique des pièces. De nombreux auteurs ont en effet déjà observé l'influence de l'orientation des pièces sur leur tenue mécanique en traction ou en fatigue, et attribuent celle-ci à l'anisotropie microstructurale et/ou l'orientation et l'alignement des défauts dans les pièces [34–37].

La Figure I-7 montre aussi la présence de supports de fabrications (en bleu), particulièrement nécessaires dans les zones orientées en contre-dépouille, à savoir avec un angle inférieur ou égal à 45° avec le plateau de fabrication. Ceux-ci ont plusieurs usages :

- ils permettent de limiter les déformations de pièces sous l'effet des contraintes résiduelles pendant la fabrication [38]
- ils limitent l'effondrement des zones fondues par les passes laser dans la poudre sous-jacente en évacuant plus rapidement la chaleur. Ils ont alors le rôle de puits thermiques. La poudre est en effet communément admise comme ayant une conductivité thermique inférieure de deux ordres de grandeur au métal dense [39], et évacue moins la chaleur.

L'efficacité d'un support en termes de solidité et de conduction thermique augmente donc avec sa surface de contact avec la pièce et le plateau de fabrication. Toutefois, une trop grande quantité de supports connectés sur une pièce nuira à son état de surface et demandera un post-traitement plus important.

Une fois les modèles de pièces placés et supportés sur le plateau virtuel, ceux-ci sont découpés par des plans parallèles au plateau en une série de motifs 2D virtuels. L'espacement entre chaque motif 2D découpé correspond à l'épaisseur d'une couche de poudre, comme illustré Figure I-6 d) pour une sphère. Si la hauteur d'une couche est grande face à la courbure ou à la pente d'une pièce, il y aura donc un effet escalier prononcé pouvant affecter la rugosité finale de la pièce [40], comme illustré Figure I-6 d).

Pour générer le fichier de fabrication, chaque motif 2D se voit attribuer plusieurs séries de coordonnées spatiales d'allumage, de déplacement des miroirs et d'extinction du laser. Chaque série de coordonnées est associée à un type de lasage particulier, dépendant notamment

de la distance entre la partie lasée ¹ et le bord de pièce (délimitée par de la poudre non fondue), ainsi que l'angle de la surface lasée avec le plateau de fabrication. À chaque type de lasage correspond une liste de paramètres laser, qui sera détaillée ultérieurement. Le fichier de fabrication contenant toutes les séries de coordonnées et les paramètres lasers associés sont ensuite transmis à la machine SLM.

1.1.3.3. Fabrication et retrait des pièces

La chambre de la machine SLM est alors inertée par de l'argon et le plateau de fabrication est préchauffé. Lorsque le taux d'oxygène passe en dessous du seuil de tolérance (typiquement 400 ppm), la fabrication peut être lancée. Un jet laminaire d'argon continu est soufflé sur le dessus ou sur un côté du plateau, de manière à éjecter les scories issues de l'interaction laser-matière en dehors du plateau de fabrication, et dissiper les vapeurs produites par la vaporisation du métal comme illustré Figure I-8 a). Ce flux permet ainsi de réduire la contamination du lit de poudre pendant la fabrication, de limiter l'interaction laser-vapeur de métal, et de protéger les optiques des nanoparticules générées pendant la fabrication.

Une fois la fabrication terminée, la chambre est désinertée et le plateau est retiré de la machine. Les pièces sont ensuite détachées du plateau de fabrication et les supports sont retirés. (Figure I-8 b) et c)). Les pièces obtenues peuvent ensuite être reprises en usinage, surfacées et traitées thermiquement.

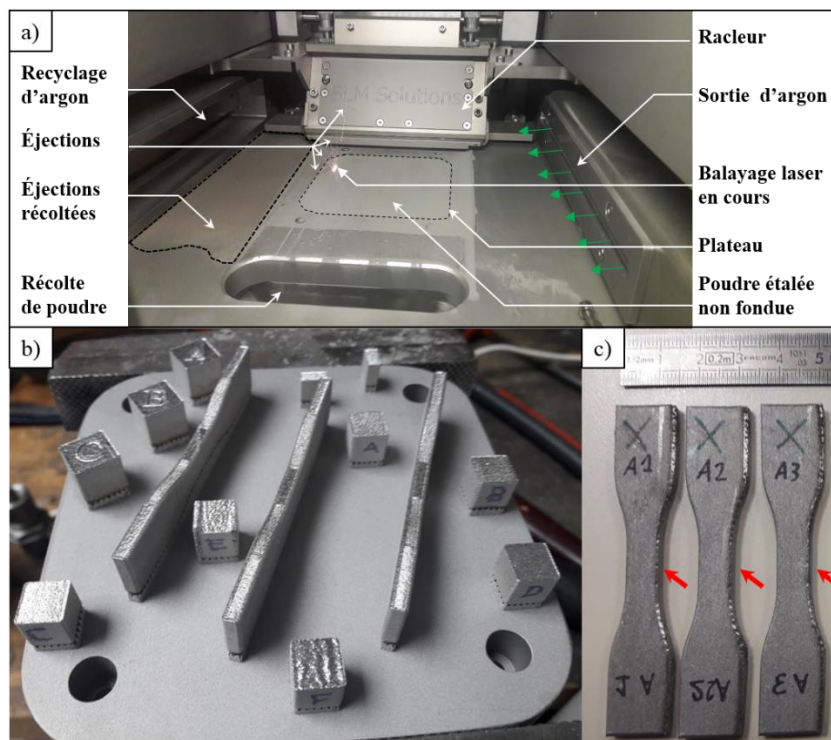


Figure I-8: a) Visualisation légendée d'une fabrication en cours b) Plateau après fabrication c) Éprouvettes de traction après dé-supportage. La partie supportée est indiquée par une flèche rouge.

¹ On utilisera ce vocable (lasage, lasée ...), assez peu académique, dans le reste de la thèse par abus de langage

La poudre non fondue peut être récupérée et tamisée pour en séparer les impuretés et la réutiliser pour des fabrications ultérieures. Plusieurs auteurs ont confirmé la stabilité des propriétés mécaniques de pièces fabriquées avec des poudres recyclées plusieurs fois, dans les procédés DMD, EBM et SLM. [41–43].

1.1.4. Physique du procédé SLM

Bien que le procédé SLM soit assez récent, de nombreux mécanismes physiques mis en jeu sont similaires à ceux rencontrés en soudage laser, qui remonte aux années 1970.

1.1.4.1. Interaction laser-matière en régime de soudage

1.1.4.1.1. Absorptivité et réflectivité

Lorsqu'un laser arrive à la surface d'un matériau, une partie du rayonnement est absorbé tandis que le reste est réfléchi, tel que :

$$\text{Réflectivité} = 1 - \text{absorptivité} \quad \text{Eq. I-1}$$

Le rayonnement photonique est principalement absorbé par les électrons du nuage électronique, qui peuvent échanger avec la structure, osciller, ou réémettre le rayonnement sans perturber la structure atomique du solide. Ce nuage électronique empêche le rayonnement de pénétrer dans le matériau profondément dans une certaine gamme de fréquence, d'où l'aspect opaque et brillant des métaux dans le domaine visible. [44] L'intensité transmise I_t au matériau par un faisceau laser d'intensité I_0 à une profondeur x s'exprime empiriquement par la loi de Beer-Lambert

$$I_t = I_0 * e^{(-A_t x)} \quad \text{Eq. I-2}$$

Avec A_t (m^{-1}) le coefficient d'absorption du matériau et I_0 ($W.m^{-2}$) l'intensité incidente

Le coefficient A_t correspond à l'inverse de la longueur de pénétration définie comme la distance à laquelle l'intensité du signal descend à $1/e$ (37%) de sa valeur d'origine. On a $1/A_t=0.019 \mu m$ pour le cas du fer, avec $A_t=5.29*10^7 m^{-1}$ pour une longueur d'onde de $1.06 \mu m$. Les deux tiers du rayonnement seront donc absorbés sur un peu plus d'une centaine de couches atomiques.

Au moins cinq facteurs principaux ont une influence sur l'absorptivité d'un matériau [44]:

- la longueur d'onde du faisceau incident: aux faibles longueurs d'ondes, les photons peuvent être absorbés par un plus grand nombre d'électrons

- la température de surface: Lorsque la température augmente, le nombre de phonons augmente, ce qui accroît la quantité d'échanges entre les électrons et la structure, au détriment

de leur oscillation ou de leur réémission. L'absorptivité augmente donc généralement avec la température. L'état du matériau (liquide, solide) va aussi impacter son absorption.

-l'angle d'incidence du faisceau: l'absorptivité est maximale pour un faisceau normal au plan du matériau.

-la rugosité du matériau: une rugosité plus élevée peut générer des réflexions multiples du faisceau sur le matériau et conduire à une absorptivité plus grande Si la rugosité est plus faible que la longueur d'onde du faisceau, cela n'aura pas d'incidence.

-la nature du matériau : Le nombre et la disposition des électrons du nuage électronique vont dicter l'absorptivité d'un métal à une longueur d'onde donnée. La couleur d'un métal est directement reliée à sa réflectivité aux différentes longueurs d'ondes de la lumière dans visible.

1.1.4.1.2. Régime de *keyhole* et régime conductif

L'intensité du rayonnement I_0 est définie comme le rapport de la puissance P (W) par la surface éclairée par le laser S (m^2), telle que :

$$I_0 [W.m^{-2}] = \frac{P}{S} \quad \text{Eq. I-3}$$

En fonction de l'intensité du rayonnement et de sa durée d'application, plusieurs procédés basés sur les lasers de puissance peuvent transformer la matière (Figure I-9).

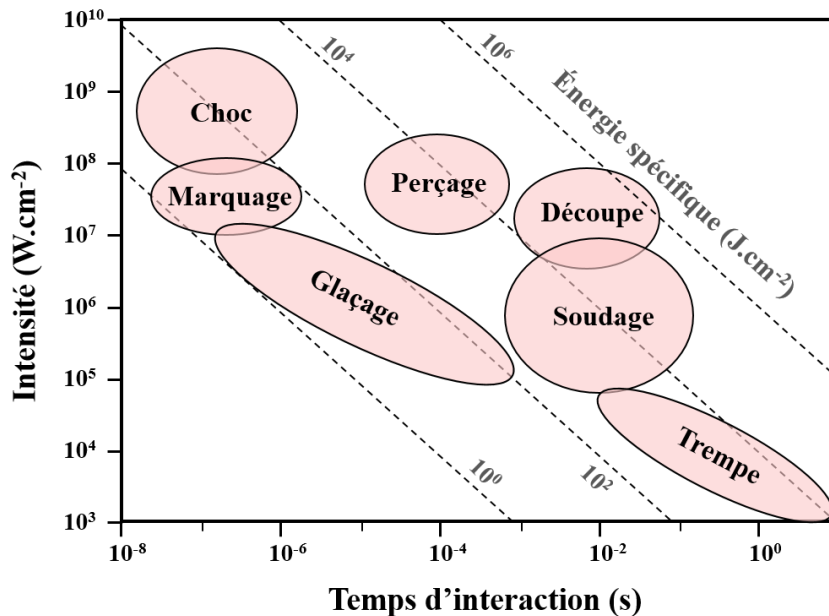


Figure I-9: Différents régimes de lasage et applications, adapté de Steen [44] et Ion [45]

Le soudage laser utilise des intensités inférieures à 10 MW/cm² et des temps d'interaction supérieurs à 0.1 ms. Ce procédé permet de chauffer la matière au-dessus de son

point de fusion et va donc former un cordon de soudure dans le matériau. De l'intensité et du temps d'interaction du faisceau dépendent les dimensions et la morphologie du cordon de soudure. Le procédé laser permet d'obtenir des cordons profonds (jusqu'à plusieurs cm) et fins, contrairement aux procédés de soudage à l'arc où la zone de fusion reste principalement localisée en surface (< 1 mm/passe).

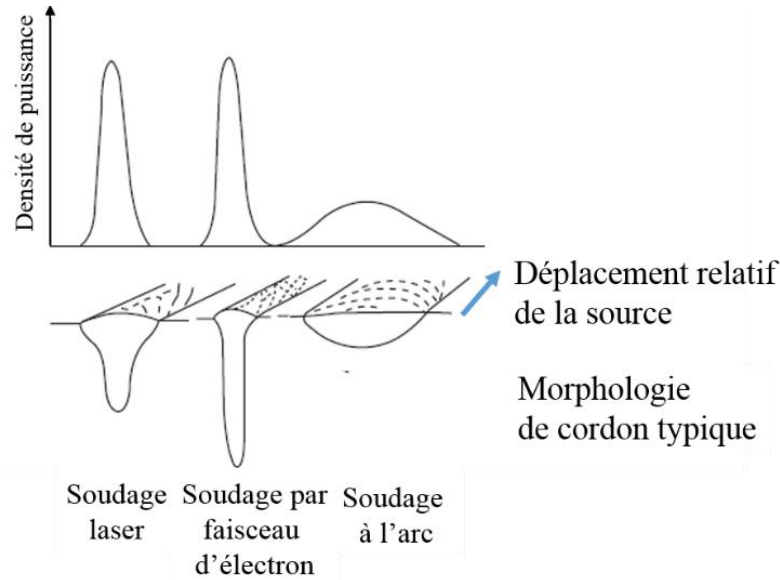


Figure I-10: Densités d'énergie pour des sources énergétiques courantes, et géométries des cordons associés. Adapté de Katayama [46]

Lorsque l'intensité du faisceau transmise est suffisante pour évaporer le métal, une cavité de vapeur peut se former. Cette cavité se crée sous l'action de la pression exercée par la détente de la vapeur métallique et va donc « creuser » dans le métal. De plus, les réflexions multiples du faisceau laser à l'intérieur de la cavité créée vont augmenter son absorptivité et amplifier le phénomène [47]. Ce phénomène, appelé *keyhole*, permet d'obtenir des cordons de soudure bien plus profonds qu'avec un régime de conduction où la chaleur se propage sous le simple effet de la diffusivité thermique du matériau, comme illustré Figure I-11. La pression de recul P_r exercée par la vapeur peut être exprimée empiriquement en fonction de la pression de vapeur saturante P_s affectée d'un coefficient lié à la recondensation dans la couche limite [48]:

$$P_r = 0.56 P_s \quad \text{Eq. I-4}$$

La pression de vapeur saturante à la température T peut s'exprimer par la relation de Clausius-Clapeyron :

$$P_s = P_{atm} e^{\left(\varepsilon_v \left(\frac{1}{T_b} - \frac{1}{T} \right) \right)} \quad \text{Eq. I-5}$$

Avec P_{atm} (Pa) la pression atmosphérique, T_b (K) la température d'ébullition du matériau, $\varepsilon_v = \Delta H_v^a / k_B$, ΔH_v^a (J), l'enthalpie d'évaporation d'un atome ou d'une molécule de la surface ; et k_B la constante de Boltzmann = $1.38 \cdot 10^{-23}$ J.K⁻¹.

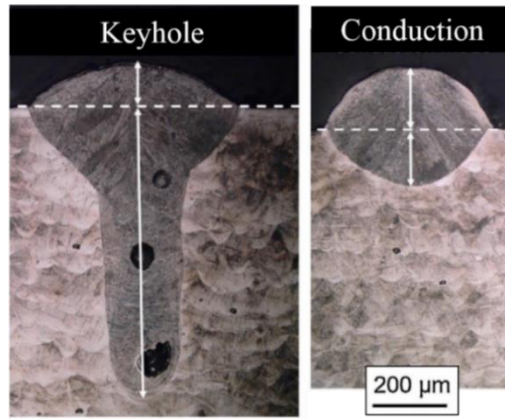


Figure I-11: Cordon de soudure en régime de keyhole et en régime conductif. D'après [49]

La transition entre le régime conductif et le régime de *keyhole* est communément admise lorsque la profondeur d'un cordon excède le diamètre du faisceau laser incident [50]. Cela correspond à une forme de cordon qui ne peut plus être seulement liée à la conduction thermique et aux mouvements convectifs. En négligeant l'effet faible de la gravité, le *keyhole* se produit lorsque la pression de recul exercée par le capillaire de vapeur excède la pression P_{surf} de la tension de surface du liquide à la température d'ébullition qui tend à le refermer :

$$P_{surf} = \frac{\gamma}{r} \quad \text{Eq. I-6}$$

Avec γ ($N.m^{-1}$) la tension de surface, et r (m) la largeur du bain liquide, approximée par la largeur du faisceau laser.

On se propose de comparer P_r et P_{surf} avec un faisceau laser de diamètre $70 \mu m$, à pression atmosphérique dans le cas d'un acier 316L:

| | |
|--|---------------------|
| γ [$N.m^{-1}$] (à 3000K) | 2.545 [51] |
| $\frac{d\gamma}{dT}$ [$N.m^{-1}.K^{-1}$] | $0.65.10^{-3}$ [51] |
| T_b [K] | 3273 [52] |
| ε_v [K] | $4,98*10^4$ [52] |

Tableau I-2 : Quelques propriétés physiques de l'acier 316L

On trouve $P_r \geq P_{surf}$ pour $T \geq 3180$ K, soit très proche de T_b . Théoriquement, atteindre la température d'ébullition du métal serait donc suffisant pour déclencher le régime de *keyhole*. Expérimentalement, l'intensité laser seuil à laquelle le *keyhole* est observé est cependant six fois supérieure à l'intensité seuil permettant la vaporisation [52,53]. L'instabilité du *keyhole* peut s'accompagner de la formation de porosités piégées en fond de capillaire comme illustré Figure I-12, du fait de la profondeur variable du capillaire (Figure I-12 a)) même en régime stationnaire, et de l'action de fermeture des forces exercées par les tensions de surface. Les pores créés contiennent à l'origine de la vapeur métallique qui n'a pas eu le temps de s'échapper du capillaire, ainsi que du gaz d'inertage piégé. Ces pores sont généralement de forme sphérique

ou ovoïde, de manière à minimiser leur énergie de surface. S'ils contiennent de la vapeur métallique, celle-ci se condense et se solidifie sur les parois du pore. Des analyses spectroscopiques sur des pores de *keyhole* obtenus en soudage laser ont montré que ceux-ci contiennent principalement du gaz d'inertage (Ar ...) [54].

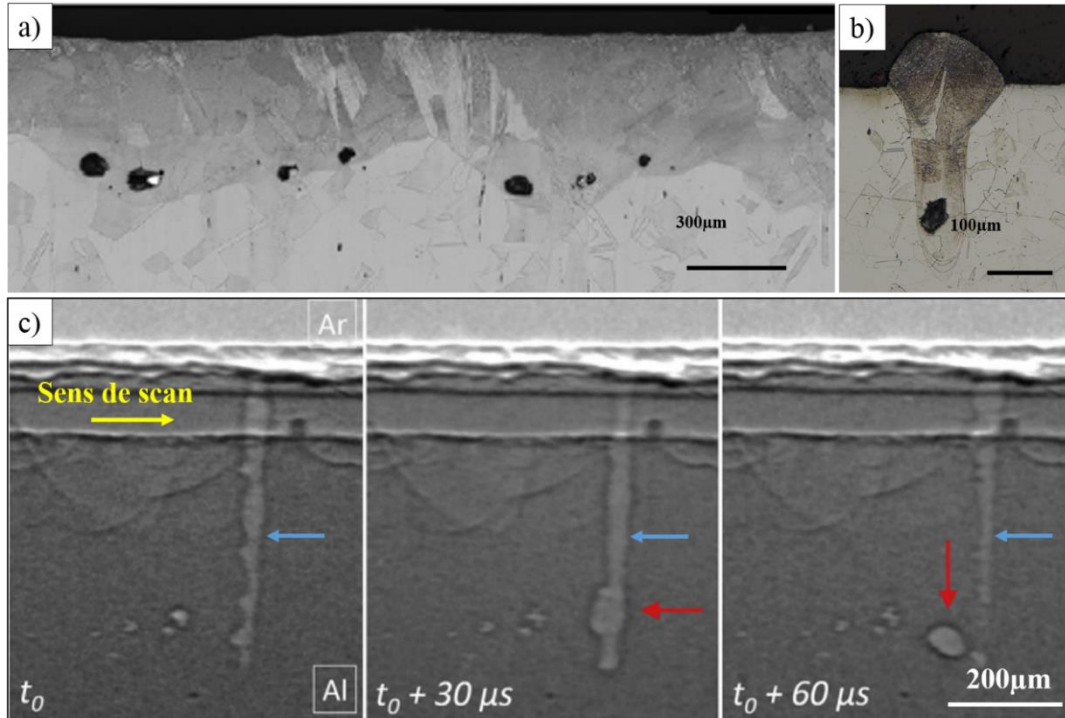


Figure I-12: Observation d'un cordon en *keyhole* avec formation de porosités (en noir) a) en vue longitudinale b) en vue transversale. Adapté de King [52]. c) Observation en transmission de rayon X ultra-rapide du capillaire de vapeur en mode stationnaire (flèche bleue) et de la formation d'une porosité (flèche rouge) dans un alliage d'aluminium 6061. Adapté de Martin. [55]

I.1.4.1.3. Mouvements convectifs dans le bain liquide

Du fait de la forme du signal laser généralement gaussien, ainsi que de l'inhomogénéité des conceptions thermiques (finies) des milieux autour d'un cordon de soudure (gaz faiblement conducteur au-dessus, métal plus conducteur dans les autres directions), la température du bain liquide n'est pas homogène. Sur la surface supérieure d'un cordon, la température est donc plus élevée au centre qu'à ses bords. La tension de surface étant dépendante de la température, un gradient de tension de surface apparaît dans le cordon de soudure, et est à l'origine des principaux mouvements convectifs dans le bain liquide, appelés convection thermo-capillaire de Marangoni.

En fonction de l'évolution de la tension de surface avec la température (dérivée positive ou négative), la direction des mouvements de convection sera centrifuge ou centripète comme illustré Figure I-13, ce qui peut profondément impacter la morphologie des cordons de soudure, notamment en régime conducteur. Les courants convectifs dans le liquide métallique peuvent atteindre de grandes vitesses (entre 1 et 10 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$) [20]. Bien que le dy/dT soit généralement < 0 dans les métaux, induisant des mouvements centrifuges, la tendance peut s'inverser en présence d'éléments tensioactifs tels que le l'oxygène et le soufre [56,57], et donc modifier la

morphologie d'un cordon pour des paramètres laser identiques (mouvements centripètes). Ces résultats ont été notamment observés pour des aciers inoxydables par Brooks [58].

Toutefois, en soudage laser, la présence du *keyhole* et son interaction avec le liquide environnant génère des mouvements hydrodynamiques propres : (1) un mouvement hydrodynamique lié à la friction de la vapeur métallique qui fait gicler le liquide vers l'arrière de la Zone Fondue, (2) une seconde composante en bord de zone fondue (entre le *keyhole* et le bord solide) qui fait également accélérer le liquide vers l'arrière. Ces deux mouvements conditionnent alors en premier lieu l'hydrodynamique des zones fondues.

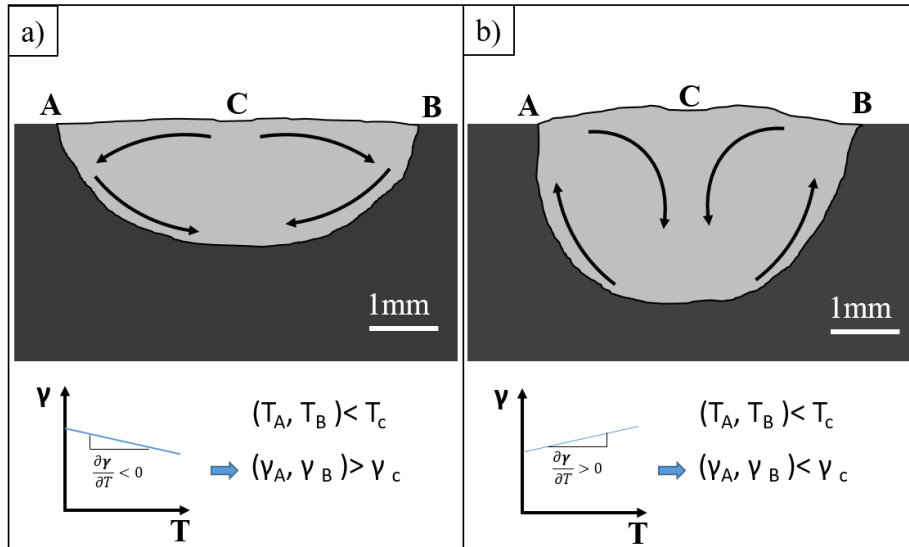
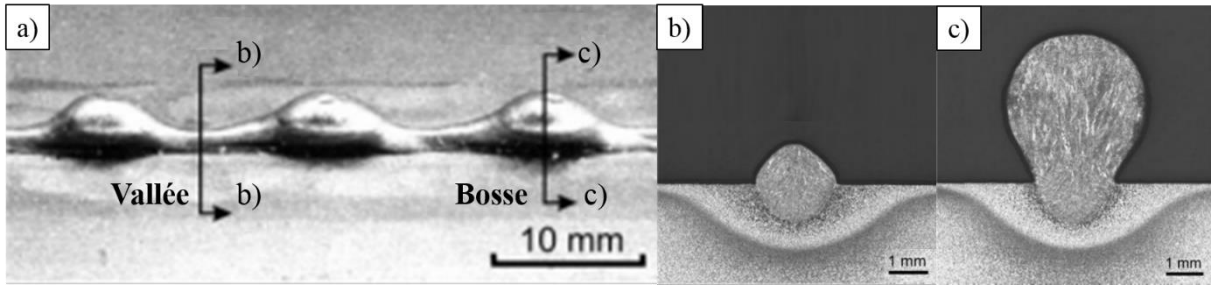


Figure I-13: Adaptation des micrographies de Pitscheneder [57] pour deux cordons de soudure sur acier lasés dans les mêmes conditions et observés perpendiculairement au sens de lasage avec a) 20 ppm de soufre b) 150 ppm de soufre. Description des mécanismes avec les schémas de Mills [59] pour des aciers avec une teneur en soufre a) <30 ppm a) et b) >50 ppm.

1.1.4.1.4. Instabilité morphologique d'un cordon en soudage

La combinaison des mouvements convectifs liés à la tension de surface, associé à des grandes vitesses de passe laser peut faire apparaître une instabilité appelée *humping*, ou bosselage en français. Celle-ci se caractérise par une succession de bosses d'amas de matière (bosses) et des vallées d'où le métal liquide s'est évacué (Figure I-14), et apparaît dans tous les types de soudage (arc, faisceau d'électrons et laser) [60] Pour des paramètres énergétiques fixés, ce problème complexe limite le soudage à une vitesse maximale et impose un seuil de productivité du procédé.



Cette instabilité apparaît notamment pour des cas de soudage avec *keyhole*. Sous l'action des mouvements convectifs rapides liés aux gradients de tensions de surface, des amas de matière se forment à l'arrière des cordons de soudures. Conformément à la loi de Young-Laplace illustrée Figure I-15 et décrite Eq I-7, la pression dans les zones du cordon à section réduite est plus grande, ce qui tend à amplifier les déplacements de matière vers les zones les plus larges selon le mécanisme l'instabilité de Rayleigh-Plateau. [61].

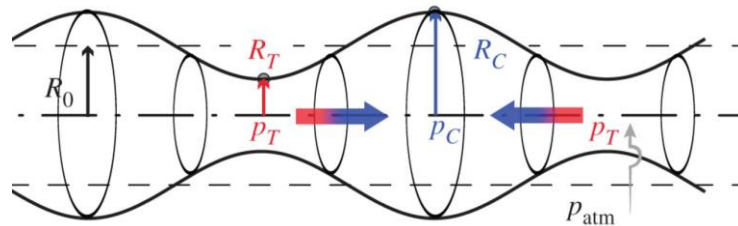


Figure I-15: Variation de la pression locale dans un cordon liquide de section variable

L'application de la loi de Laplace permet d'obtenir la pression P_T à l'endroit de section réduite de rayon R_T , en négligeant l'impact du rayon de courbure dans la direction orthogonale :

$$P_T = \gamma \left(\frac{1}{R_T} + \frac{1}{R_C} \right) + P_C \quad \text{Eq. I-7}$$

Avec γ ($N.m^{-1}$) la tension de surface, P_C (Pa) la pression régnant à la section de rayon R_C (m).

Le *humping* n'apparaît que pour les grandes vitesses car pour que l'instabilité soit entretenue, la longueur du cordon liquide à tout instant doit être supérieure à $2\pi r$, r étant le rayon de courbure dans la zone la plus étroite du cordon de soudure. [62]

La majeure partie des caractéristiques d'un cordon de soudure en régime de *keyhole* peut-être observée Figure I-16. L'inclinaison du capillaire de vapeur par rapport à la verticale est due au déplacement relatif de la source par rapport au matériau. Elle augmente avec la vitesse et diminue avec l'intensité laser Cette inclinaison favorise le piégeage du faisceau via des multiréflexions, et donc l'absorptivité globale du *keyhole*, qui peut monter à 60-70 % [63]

contre seulement 30 % en l'absence de *keyhole* pour un acier. Cette absorptivité accrue va donc augmenter d'autant plus la profondeur des cordons. Le gradient de tension de surface dans le bain liquide induit des perturbations à l'arrière du cordon sous forme de vaguelettes pseudo-périodiques de profondeur variable [64]. Ces perturbations vont ensuite se figer à la rencontre du front de solidification et laisser une trace le long du cordon en forme de chevron. (Figure I-16). L'angle des chevrons en arrière de cordon laisse donc une trace périodique caractéristique de la longueur du cordon pendant le lasage.

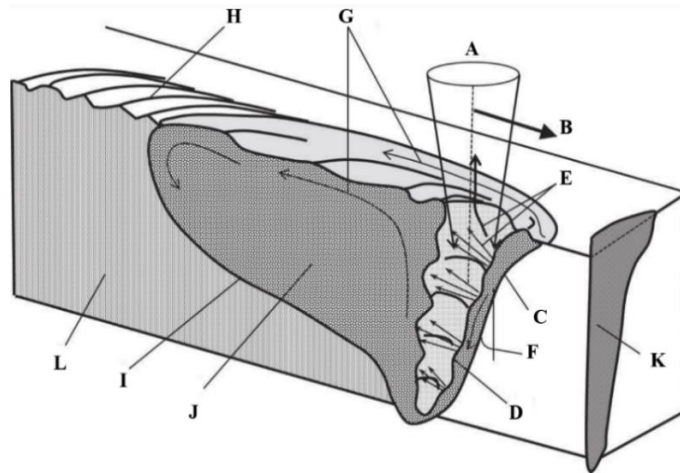


Figure I-16 : Dessin général d'un cordon de soudure, par Fabbro [46] . A : faisceau laser; B : Direction du lasage; C : front avant du keyhole; D : bosses du front avant; E : jet de vapeur; F : inclinaison du front avant; G : déplacements convectifs du bain; H : Structure en chevrons; I : Front de solidification; J : Bain de fusion; K : projection du 1/2 profil du keyhole ; L : matériau resolidifié

1.1.4.2. Spécificités du procédé SLM

1.1.4.2.1. Interaction laser-poudre

Lors de l'élaboration d'un monocordon via le procédé SLM, les différences fondamentales par rapport au soudage sont la présence de poudre, qui va modifier les mécanismes d'absorption, la diffusion de l'énergie du faisceau, et les conditions aux limites de la zone fondue (moins encastrée que pour un cordon de soudure). Les paramètres de puissance et de vitesse de déplacement laser seront également différents. Trois mécanismes principaux de redistribution de l'énergie entrent en jeu lors de l'éclairement de la poudre par un faisceau laser : la conduction thermique via les points de contact entre les grains, le rayonnement des grains chauffés, et les multiréflexions entre les grains qui augmente l'absorption du rayonnement. Bien que la conductivité thermique de la poudre soit en général considérée comme bien inférieure à celle du métal solide qui constitue les grains (facteur 100 selon Rombouts [39]), son absorptivité reste néanmoins supérieure à celle du solide du fait des multiréflexions du laser entre les grains. Gusarov [65] a en effet comparé l'absorptivité de poudres de différents matériaux à leurs solides équivalents, en fonction de la compacité du lit de poudre. Le modèle montre que les poudres peuvent atteindre une absorbance entre deux et six fois plus importante que celle du solide équivalent. Dans le cas précis de l'acier 316L, Khairallah [66] a adopté le modèle de Gusarov pour calculer la réflectivité de 1 à 5 couches de 35 μm de 316L, pour diverses compacités du

lit de poudre (Figure I-17 b)). L'absorptivité d'une couche de poudre solide a été estimée à 0.77 contre 0.3 pour le grain solide de référence.

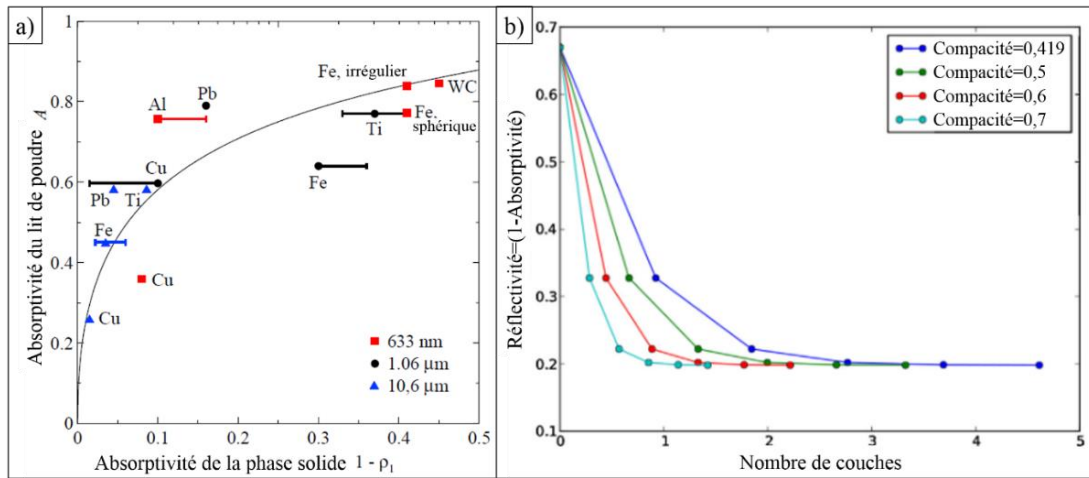


Figure I-17: a) Simulation de l'absorptivité de la poudre en fonction de l'absorptivité du métal, comparaison à l'expérimental. Adapté de Gusarov [65] b) Réflectivité d'un lit de poudre constitué de couches de 35 µm de 316L pour différentes compacités de la poudre. Adapté de Khairallah [66]

En régime stationnaire, il est cependant admis (Figure I-18) que le laser n'interagit plus avec la poudre mais avec la partie avant du bain liquide, qui fait fondre la poudre en amont à son contact.

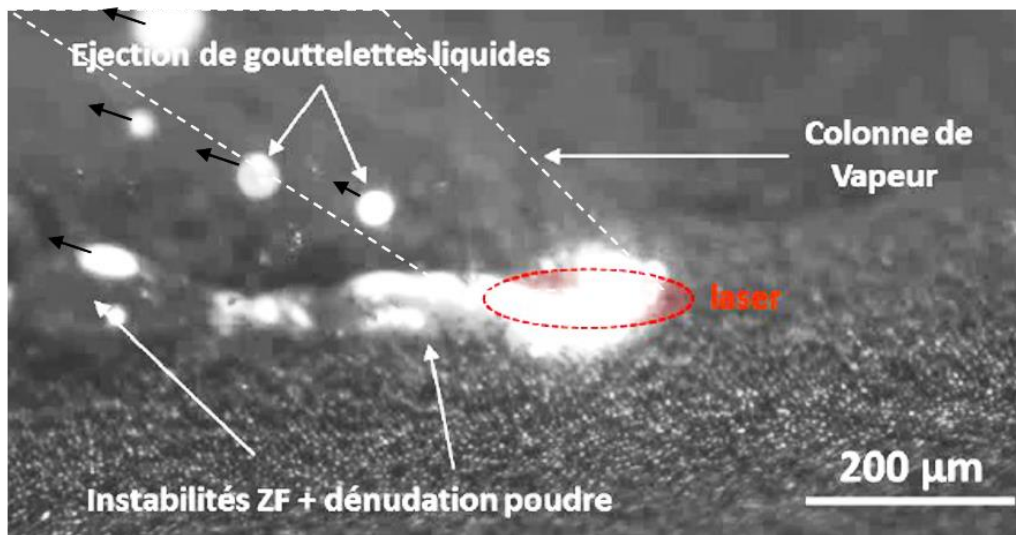


Figure I-18: Observation à la caméra rapide d'un cordon lasé dans un lit de poudre. Adapté de Gunenthiram [67]

C'est donc bien l'absorptivité du liquide qui conditionne le rendement d'interaction. Sous l'effet du flux de vapeur issu de l'interaction laser-matière qui induit une différence de pression, les particules de poudre à l'avant et sur les côtés du bain liquide et sur les côtés sont entraînées par un flux de recirculation latéral. Une partie de ces particules peut être incorporée au bain liquide, et l'autre est alors éjectée dans la poudre, sur un cordon solidifié, ou en dehors

de la zone de fabrication. Dans tous les cas, le stock de poudre aux abords du cordon est partiellement consommé voire épuisé : c'est le phénomène de dénudation. Bien que l'origine physique précise de la dénudation soit encore sujette à discussion, celle-ci est documentée par de nombreux auteurs [68–72].

1.1.4.2.2. Impact des paramètres laser

Les paramètres contrôlant la morphologie d'un cordon ainsi que son recouvrement latéral ou vertical avec les autres cordons pourront avoir un impact sur la porosité, la microstructure et la texture de la pièce finale. Ces paramètres contrôlent donc la santé matière, directement reliée à ses propriétés mécaniques. Les paramètres laser du premier ordre, déjà utilisés en soudage laser, régissant au premier ordre la santé matière sont :

- La puissance P [W]
- La vitesse de scan V [$\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$]
- Le diamètre du faisceau laser D [m]

Ces trois paramètres agissent directement sur la dimension des cordons. Deux paramètres additionnels, absents du soudage laser et spécifiques au procédé SLM, ont un impact direct sur le recouvrement latéral et vertical des cordons :

- L'écart-vecteur (ou *Hatch spacing*), h [m]
- La hauteur de couche de poudre, e [m]

L'ensemble de ces 5 paramètres est représenté Figure I-19.

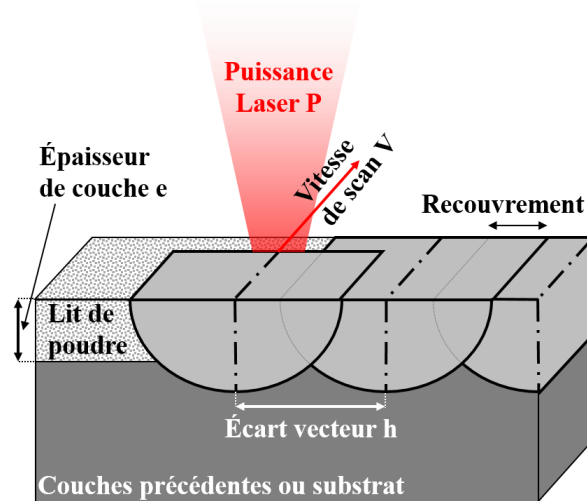


Figure I-19: Cordons de SLM et principaux paramètres machine

1.1.4.2.2.1. Contrôle de la dimension de monocordons

La puissance laser est, par définition, la quantité d'énergie fournie par le laser par unité de temps. La vitesse contrôle aussi la quantité d'énergie par unité de temps, puisqu'à puissance et taille de faisceau fixées, elle va fixer le temps d'éclairage (D/V) d'une surface donnée. Une puissance croissante ou une vitesse décroissante vont donc augmenter la largeur et la

profondeur des cordons. À faible vitesse, et/ou à puissance élevée, l'énergie apportée peut être très importante et donner lieu à un régime de *keyhole*, tandis que des hautes vitesses et/ou des faibles puissances vont réduire la profondeur et largeur des cordons jusqu'à induire une fusion incomplète.

Plusieurs auteurs ont mesuré conjointement l'influence de la variation de la puissance et de la vitesse de balayage laser sur la morphologie de monocordons sur des lits de poudre [73–75]. Li a notamment observé l'augmentation des dimensions de monocordons dans le cas de l'inconel 625 (Figure I-20 a) et b)), avec des puissances croissantes et des vitesses décroissantes, en restant principalement dans un régime conductif.

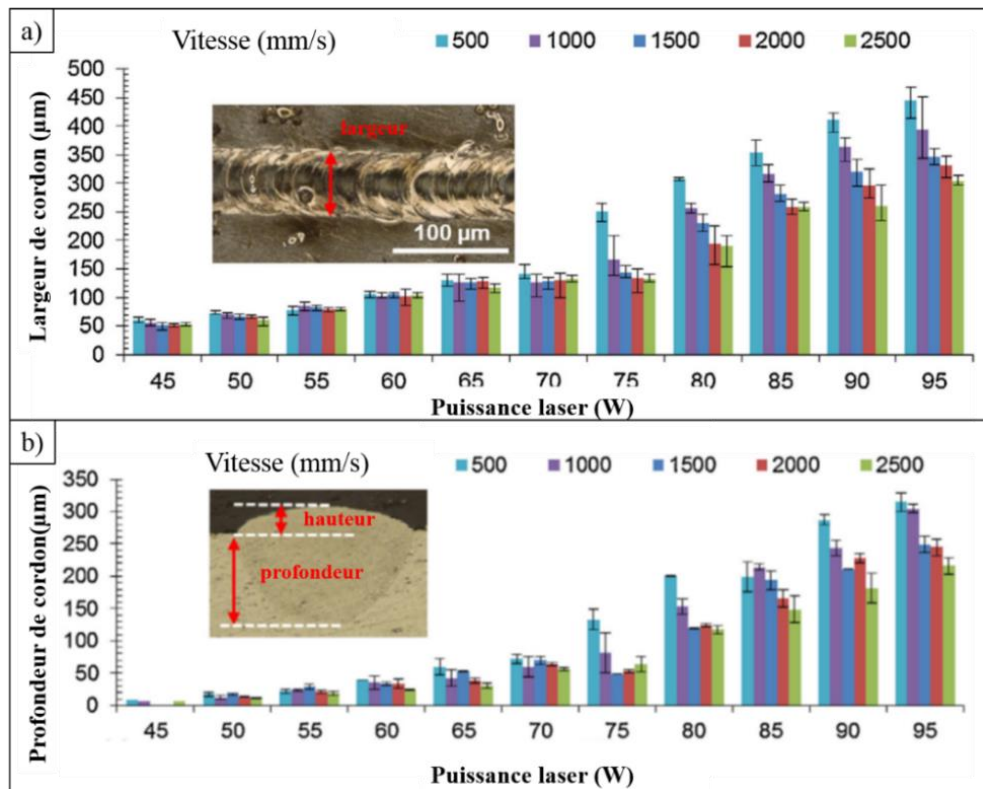


Figure I-20: Évolution de a) la largeur de monocordons avec la puissance et la vitesse b) la profondeur avec la puissance et la vitesse. Faisceau de diamètre 72 µm. [75]

L'accès au contrôle des paramètres de fabrication donne la possibilité d'établir des fenêtres paramétriques propres à chaque matériau, afin de déterminer la stabilité du procédé pour des couples puissance et vitesse donnés.

Li identifie ainsi une plage à laquelle les paramètres faiblement énergétiques ne permettent pas une fusion complète du lit de poudre (Figure I-21), ce qui provoque l'apparition de cordons discontinus en chapelets de gouttelettes : c'est le phénomène de *balling* [76]. Les faibles températures atteintes ne permettent pas d'avoir un cordon continu, et les parties fondues des cordons vont se sphéroïdiser sous l'effet de leurs importantes tensions de surface.

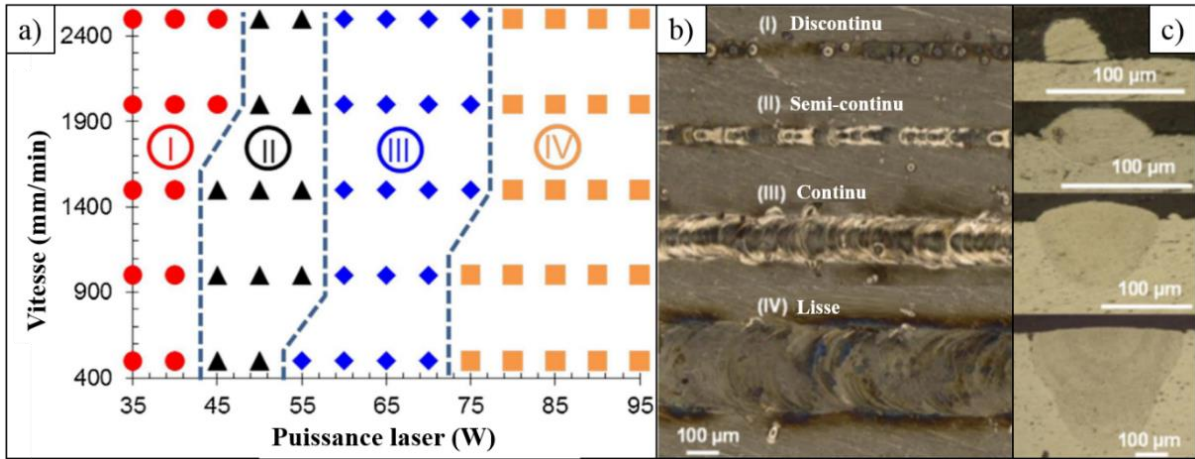


Figure I-21:a) Fenêtre paramétrique de l'inconel 625 b) Vue du dessus des cordons c) Vue en coupe. Adapté de Li [75]

La puissance et la vitesse sont généralement couplées dans les études paramétriques en SLM. Parmi les paramètres énergétiques, le plus simple est la densité d'énergie linéique (LED) qui s'exprime :

$$LED [J.m^{-1}] = \frac{P}{V} \quad \text{Eq. I-8}$$

P (W) étant la puissance laser et V ($m.s^{-1}$) la vitesse.

Gunenthiram [20] a notamment exploré l'évolution des dimensions de cordon dans de l'acier 316L pour des rapports P/V variant de 100 à 500 $J.m^{-1}$ (Figure I-22). À partir d'un certain rapport P/V , la relation linéaire entre les dimensions laisse place à une importante dispersion des profondeurs et largeurs de cordons mesurées. Cette disparité est attribuée au *keyhole* et à l'apparition d'un flux important de vapeur métallique au-dessus de la zone d'interaction du laser. Ce dernier est alors partiellement absorbé ou diffusé par la vapeur métallique, ce qui diminue la densité de puissance transmise à la poudre et dégrade la régularité des cordons.

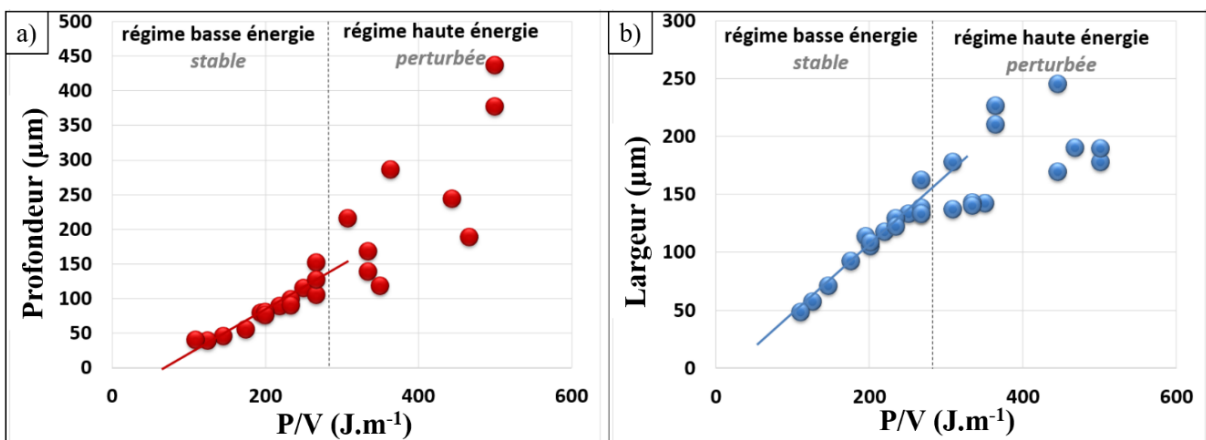


Figure I-22: Évolution des dimensions de cordons 316L pour différents rapports P/V [20]

Certains auteurs ont développé des modèles théoriques utilisant ce rapport P/V [53,77] dont dépend une expression de la densité d'énergie normalisée pour prédire la profondeur de cordon δ ou sa largeur L, adimensionnées par le diamètre du faisceau D. Pour mieux prendre en compte les caractéristiques du laser sur la morphologie de cordon et la santé matière, il est possible d'intégrer la surface d'interaction entre le laser et la matière, de manière à obtenir une densité d'énergie volumique (VED) qui s'exprime sous la forme :

$$VED [J.m^{-3}] = \frac{4P}{\pi VD^2} \quad \text{Eq. I-9}$$

Avec D (m) le diamètre de faisceau laser.

Gunenthiram [20] (Figure I-23a)) a notamment identifié un seuil de VED d'environ $70 J.mm^{-3}$ au-delà duquel les cordons passent en régime de *keyhole* pour l'acier 316L et l'alliage d'aluminium 4047 pour deux tailles de faisceau de 95 et 200 μm .

Shi [78] a mis en évidence l'influence de la taille de faisceau et l'importance de le prendre en compte dans les considérations énergétiques, en comparant les dimensions de cordons réalisés avec un faisceau de 50 et 200 μm . On remarque Figure I-23 b) que la largeur, pilotée principalement par la conduction, augmente linéairement en réduisant la vitesse pour des faisceau de 50 μm et 200 μm . En revanche, la profondeur des cordons est relativement différente pour des vitesses inférieures à $200 mm.s^{-1}$. En effet, pour un même paramétrage laser, la forte concentration énergétique du faisceau de 50 μm conduit à du *keyhole*. Ce mode n'apparaît pas avec un faisceau de 200 μm réalisé à la même puissance laser, et la hauteur de cordon continue d'augmenter linéairement, même aux faibles vitesses.

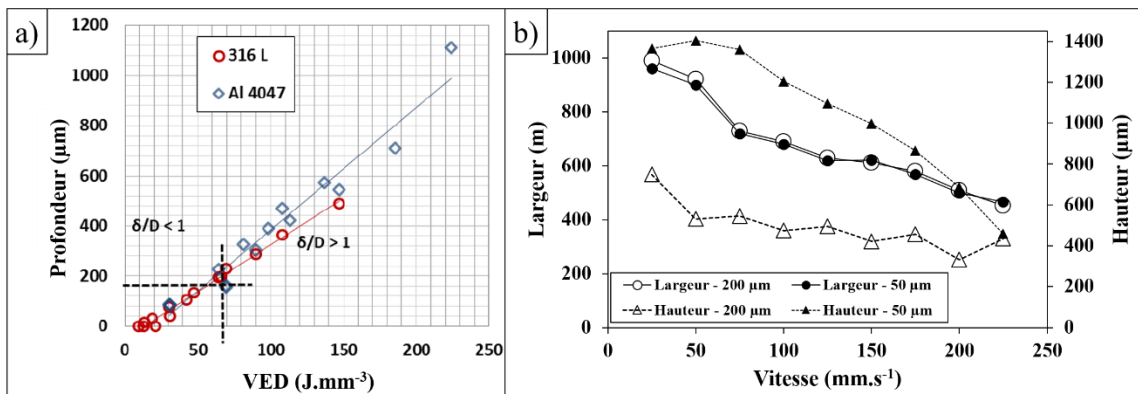


Figure I-23: a) Profondeur de monocordons en 316L et en Al 4047 pour un VED variable [20] b) Profondeur et largeur de monocordons en Ti4Al6V pour deux diamètres de faisceau, en gardant une puissance fixée à 400W. Adapté de Shi [78].

Bien que le trio de paramètres puissance, vitesse et diamètre de faisceau ait une influence directe sur la morphologie de monocordons, le simple contrôle de ces trois grandeurs ne permet pas de garantir une bonne santé matière dans le procédé SLM, qui comprend un grand nombre de cordons successifs. Gunenthiram [20] a notamment mis en évidence la grande différence de profondeur entre des cordons lasés au cœur d'une pièce et de monocordons lasés dans de la poudre (Figure I-24). En effet, la chaleur peut s'accumuler au cours de la fabrication

[75], ce qui peut tendre à augmenter graduellement la température moyenne atteinte T_0 , donc les dimensions de cordon pendant la fabrication. De plus, à cause de l'enchaînement latéral des cordons, ceux-ci peuvent devenir asymétriques du fait de la conductivité différente entre la poudre et le matériau solide [79]

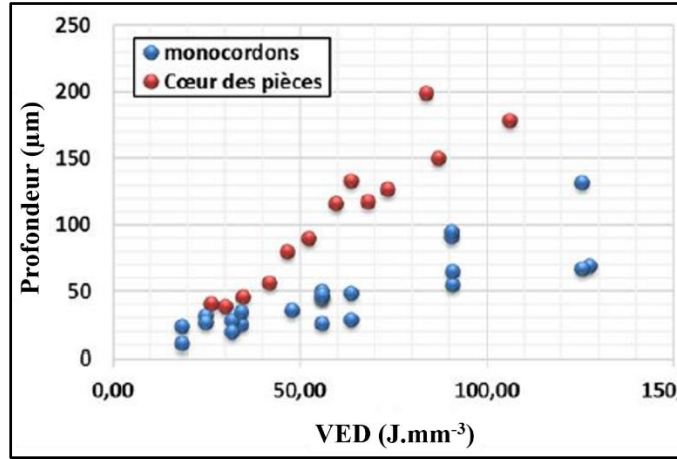


Figure I-24: Comparaison des profondeurs de cordons au cœur de pièces et pour des monocords. D'après Gunenthiram [20]

1.1.4.2.2.2. Contrôle de l'espacement des cordons et de la porosité de pièce finie

Pour des dimensions de cordons fixées, l'écart vecteur va déterminer le taux de recouvrement latéral des cordons. Si, pour une hauteur de couche donnée, ce taux de recouvrement est insuffisant pour fondre toute la poudre entre un cordon lasé à l'instant t et le cordon parallèle précédent, on obtient alors un manque de fusion : de la poudre non fondue dans la pièce finie, comme illustré Figure I-25. La hauteur totale est égale à la somme de la profondeur et de la hauteur de la bosse du cordon.

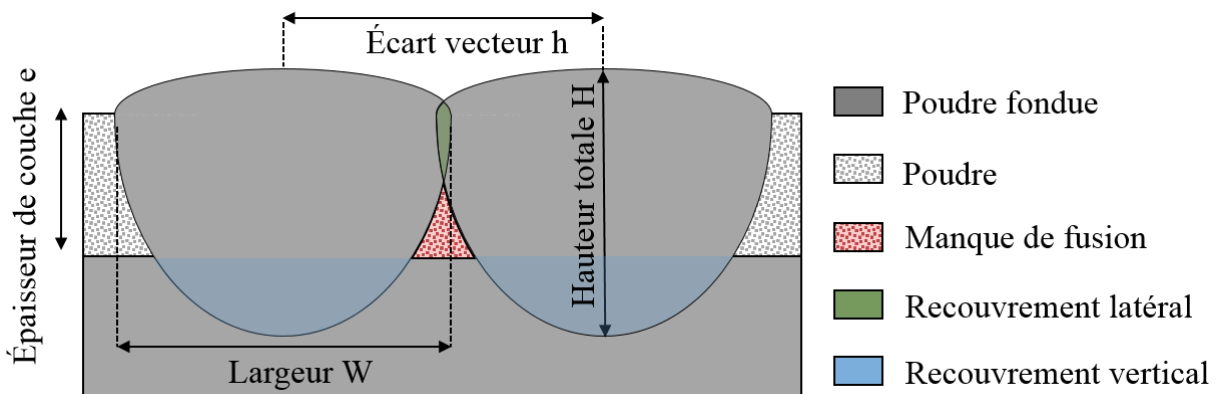


Figure I-25: Schématisation des zones de recouvrement et de manque de fusion entre 2 cordons successifs en SLM

Aboulkhair [80] a exploré l'impact de l'écart vecteur pour un alliage d'aluminium, en fixant tous les autres paramètres, pour un lasage monodirectionnel (même direction de lasage à chaque couche. À partir de 150 μm d'écart vecteur, la densité du matériau fini chute drastiquement (Figure I-26) et les manques de fusion s'alignent verticalement du fait de la position identique des cordons à chaque couche.

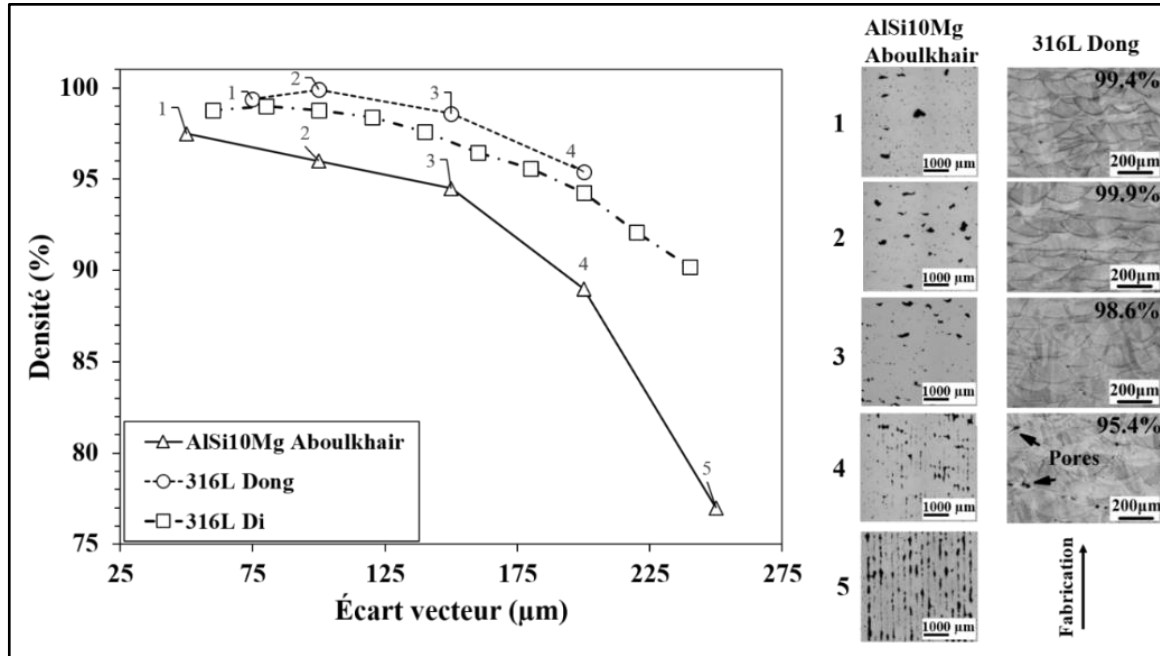


Figure I-26: Évolution de la densité et de la forme des manques de fusion avec l'écart vecteur. Adapté d'Aboulkhair [80], Dong [81] et Di [82]

Le même type de résultat a été observé pour de l'acier 316L par Dong [81] avec des rotations à chaque couche qui distribuent aléatoirement la position des porosités et par Di [82] pour des couches croisées à 90° .

Pour des paramètres laser fixés, la hauteur de couche va déterminer le taux de recouvrement vertical des cordons. Comme lorsque l'écart vecteur dépasse une valeur seuil, à VED donnée, il existe une hauteur de couche à partir de laquelle le recouvrement vertical des cordons est insuffisant pour assurer une refonte verticale complète de la poudre. À partir de 60 μm pour une puissance de 400 W à 2400 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$, Qiu observe l'apparition de pores horizontaux aux formes irrégulières, caractéristiques d'un manque de fusion Figure I-27 a).

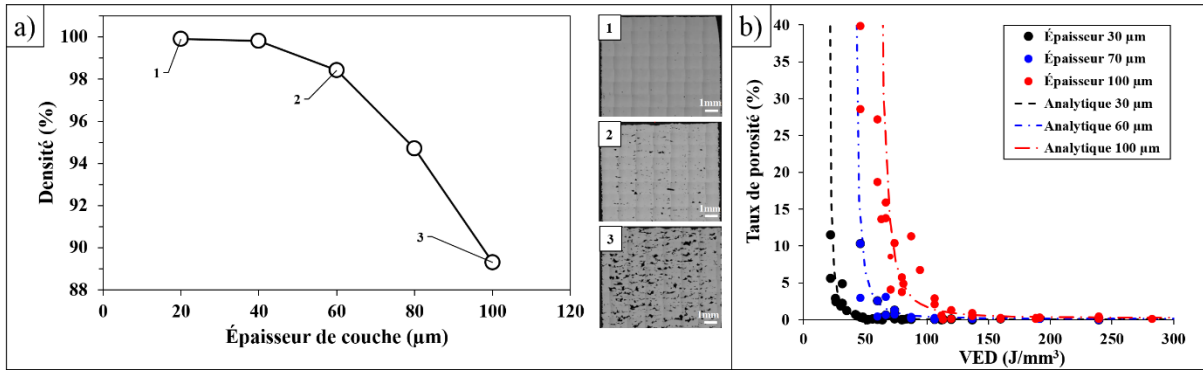


Figure I-27:a) Évolution de la densité de pièces de Ti4Al6V en fonction de l'épaisseur de couche. Adapté de Qiu [83] B) Identification des seuils de VED pour la densification de pièces de 316L pour différentes épaisseurs de poudre. Adapté de Gunenthiram [20].

De la même manière, Gunenthiram [20] montre l'existence d'un seuil de densité volumique d'énergie $VED_{th,\Delta z}$ pour lequel, à une hauteur de couche donnée, la porosité est minimale Figure I-27 b). La relation décrivant l'évolution du taux de porosité β pour une épaisseur de couche Δz prend la forme de :

$$\beta(\%) = \beta_{0,\Delta z}(\%) + \left(\frac{VED_{th,\Delta z}}{(VED - VED_{th,\Delta z})} \right)^2 \quad \text{Eq. I-10}$$

Avec $\beta_{0,\Delta z}$ le taux de porosité résiduelle minimum et $VED_{th,\Delta z}$ l'asymptote verticale de la courbe assimilable à un seuil de densification.

On remarque que ce seuil est croissant avec la hauteur de couche, ce qui correspond bien à l'idée que des couches plus épaisses nécessitent des dimensions de cordons plus grandes et donc plus d'énergie pour être fondus. De nombreuses autres formules de la densité volumétrique d'énergie existent dans la littérature pour tenter de capter l'effet de l'écart vecteur et de la hauteur de couche sur la porosité, la plus répandue étant [84]:

$$VED[J.m^{-3}] = \frac{P}{V * h * e} \quad \text{Eq. I-11}$$

Avec P (W) la puissance, V ($m.s^{-1}$) la vitesse, h (m) l'écart vecteur et e (m) la hauteur de couche.

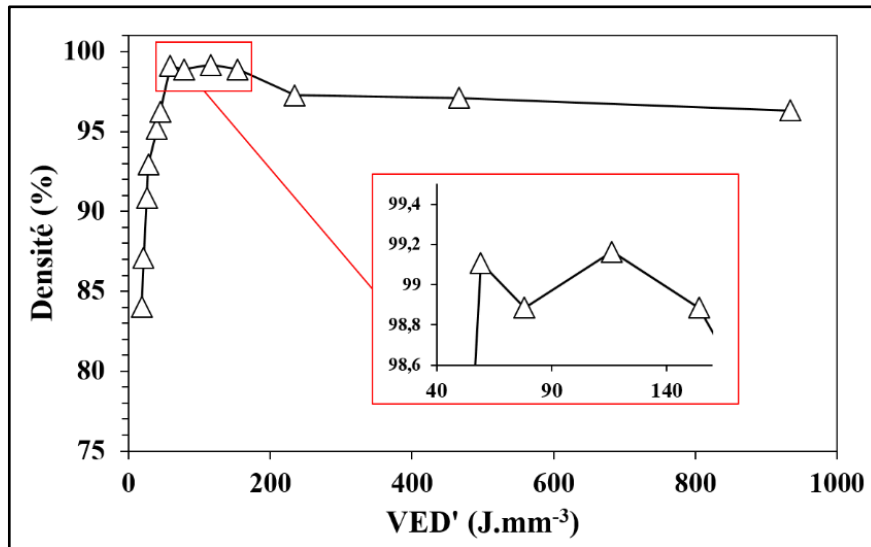


Figure I-28: Evolution de la densité avec le VED' pour des pièces de 316L. Adapté de Choi [85].

Bien que la forme de VED' soit la plus représentée dans la littérature (Figure I-28), aucune expression de la densité d'énergie n'est officiellement reconnue, et toutes les formules de VED ne sont valables que sur une plage limitée de paramètres. La formule de VED' de Vandembroucke Eq. I-11 est une approche plus macroscopique que la formule de VED de Gunenthiram (Eq. I-9) et vise à décrire l'énergie captée par une pièce pendant toute la fabrication. L'approche de Gunenthiram est plus physique, puisque la VED est directement proportionnelle à la quantité d'énergie transmise par le laser au lit de poudre. Cette dernière est d'ailleurs utilisée dans la plupart des modèles analytiques permettant de calculer les profondeurs fondues en soudage ou en SLM [53,77,86].

La description de l'évolution des dimensions de cordon, et du taux de porosité qui en découle, via une expression de la densité d'énergie du type de la VED, reste à ce jour incomplète. Le nombre de paramètres influant sur le taux de porosité est en effet important, et les types de porosité multiples. L'expression de la densité volumique d'énergie étant seulement thermodynamique, elle ne sera pas suffisante pour décrire des physiques complexes telles que la convection thermo-capillaire de Marangoni, ou les instabilités hydrodynamiques qui dictent pourtant les morphologies de cordon [87] et ont un impact sur la porosité. De plus, bien que l'épaisseur de couche fabriquée apparaisse comme une constante de la fabrication, l'épaisseur de couche de poudre effective, elle, évolue pendant les premiers niveaux de fabrication. En effet, du fait de la différence de compacité entre la poudre et le matériau solidifié, le «niveau d'horizon» de la poudre fondue se retrouve plus bas que le niveau de la poudre non fondue [82,88]. Par conséquent, à la couche de poudre suivante, la couche de poudre au-dessus de la partie lasée sera plus grande que l'épaisseur de couche fixée par la machine.

L'épaisseur e_n de la $n^{\text{ième}}$ couche de poudre sera exprimée par une suite arithmético-géométrique:

$$e_n[m] = \frac{e_0}{C} (1 - (1 - C)^{n+1}) \quad \text{Eq. I-12}$$

Avec e_0 (m) l'épaisseur de la première couche et C la compacité de la poudre, exprimée par :

$$C = \frac{\rho_{\text{poudre}}}{\rho_{\text{solide}}} \quad \text{Eq. I-13}$$

Avec ρ_{poudre} et ρ_{solide} (kg.m^{-3}) les densités volumiques de la poudre et du matériau fondu respectivement. (La démonstration de l'expression de e_n est disponible en Annexe V.2.1.)

Dans le cas d'une distribution de poudre sphérique monomodale, la compacité maximale de la poudre (64% théorique) est évaluée à approximativement $C=0.5$ expérimentalement. Pour une première couche de hauteur 30 μm , la seconde couche aura donc une hauteur 45 μm et la hauteur se stabilise à environ $30/0.5=60$ μm à la 8^{ème} couche, soit le double de la hauteur de consigne.

Le critère de « fusion totale » développé par Tang [89] permet de prévoir l'apparition de porosité de manque de fusion en connaissant les dimensions de cordons et les paramètres prévus de hauteur de couche et de l'écart vecteur, en approximant leur forme à la superposition de deux demi-ellipses :

$$\left(\frac{h}{L}\right)^2 + \left(\frac{e}{H}\right)^2 \leq 1 \quad \text{Eq. I-14}$$

Avec h (m) l'écart-vecteur, L (m) la largeur de cordon, e (m) la hauteur de couche et H (m) la hauteur totale de cordon. (La démonstration géométrique complète de ce critère est disponible en Annexe V.2.2.)

Dans ce critère, on ne considère pas la hauteur de couche effective. La combinaison de ce critère aux résultats de Gunenthiram pour du 316L [20] donne le graphe Figure I-29, où le taux de porosité d'échantillons de 316L est représenté en fonction des rapports H/W et L/D mesurés sur les échantillons correspondants.

Bien que la limite de densification prévue par Tang parvienne effectivement à séparer la majorité des échantillons denses des échantillons poreux, certaines exceptions demeurent, notamment pour des hauteurs de couches importantes. En effet, pour des hauteurs de couches de 100 μm , la forme de *keyhole* s'éloigne de la forme d'une demi-ellipse [20]. Comme illustré Figure I-11, la largeur mesurée au sommet du cordon en zone de conduction est bien supérieure à la largeur dans la partie inférieure, ce qui conduit à surestimer l'aire que couvre le cordon et le recouvrement associé.

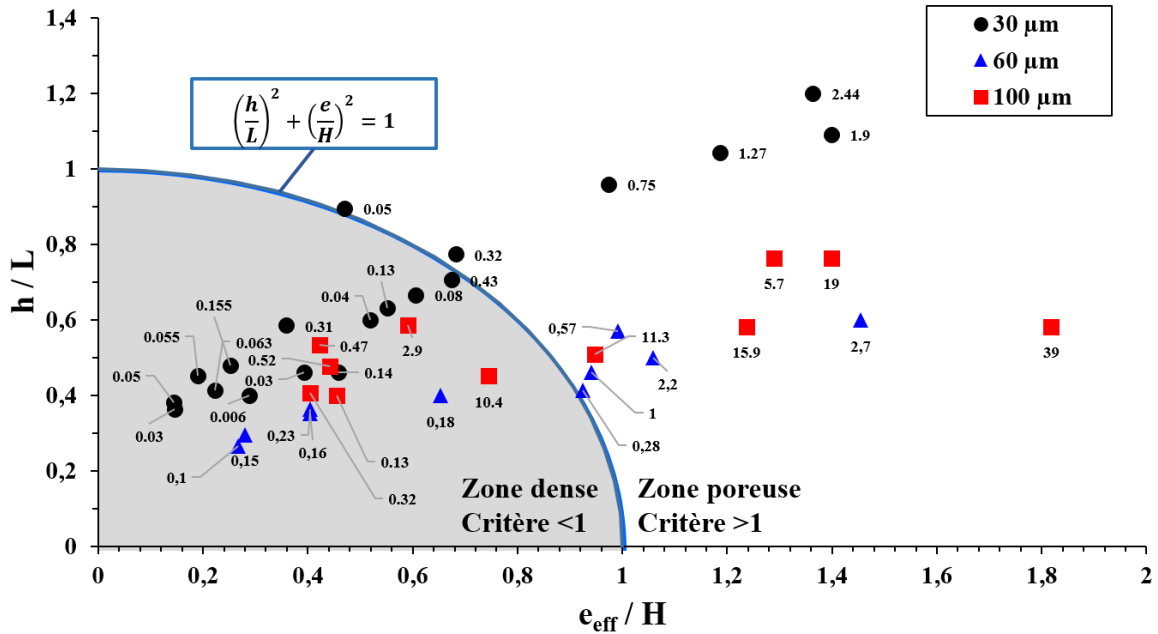


Figure I-29: Mesures de Gunenthiram [20] confrontées au critère de Tang [89] pour des hauteurs de couches effectives.

1.1.4.2.3. Types de lasage et rôles associés

À chaque nouvelle couche de fabrication d'une pièce, les paramètres laser ne sont pas identiques dans toutes les zones lasées. En effet, le paramétrage laser (puissance, vitesse, direction...) sera généralement différent entre les bords de la pièce, où la passe laser définit la limite entre la poudre fondue et la poudre non fondue, et le cœur de la pièce. Du fait de la forme arrondie à l'extrémité d'un cordon, il sera dans l'intérêt de l'utilisateur d'avoir une passe laser effectuée tangentielle au bord de la pièce prévue. Cela permet de limiter la rugosité, tandis que la direction de lasage en cœur de pièce n'aura pas d'impact sur la rugosité. De même, lors du lasage d'une zone en contre-dépouille (surplombant de la poudre non fondue), il convient d'utiliser un paramétrage laser (puissance, vitesse...) différent, du fait des différences de conductivité thermique entre le métal solide et la poudre. En fonction de la position verticale de chaque zone de la pièce, celle-ci se voit affecter des paramètres laser appartenant à des groupes différents.

On distingue 3 groupes énergétiques distincts :

- Le groupe downskin : comprend toutes les zones en contre-dépouille, à une distance verticale faible de poudre non fondue. Du fait de la mauvaise conductivité thermique de la poudre, il convient d'y utiliser de faibles densités volumétriques d'énergie, de manière à minimiser les dimensions des cordons en largeur et en profondeur.
- Le groupe « cœur de pièce »: zone à densité d'énergie moyenne, qui regroupe les sets de paramètres les plus utilisés pour fabriquer la pièce
- Le groupe upskin : comprend toutes les zones de la pièce faiblement inclinées par rapport au plateau qui seront directement surplombées par de la poudre non fondue, ou au sommet de la pièce. On y applique généralement une puissance maximale, couplée à une faible vitesse et une grande taille de faisceau, de manière à réduire l'effet escalier et réduire la rugosité.

À chaque motif 2D lasé dans le plan XY, on distingue 3 types de lasage. Le choix du type de lasage dépend de sa distance latérale au bord de la pièce.

- Le remplissage : Lasage effectué au cœur du motif. Ce type de lasage est généralement réalisé sous la forme de passes laser parallèles, distancées d'un écart vecteur. Dans le cas de la fabrication d'une pièce massive (rapport surface/volume faible), le remplissage constituera la majeure partie du temps de lasage.
- Le contour : définit la limite entre la pièce finale et la poudre non fondue. À chaque nouvelle couche, il est généralement lasé en premier. Les passes laser sont systématiquement tangentes au bord de pièce, à une faible distance à l'intérieur des parois du volume 3D pour prendre en compte l'épaisseur du cordon. Le contour est souvent doublé (ou triplé) vers l'intérieur, de manière à s'assurer que les cordons de remplissage ne débordent pas de la pièce et n'affectent pas la rugosité finale
- Le contour de transition : Peut-être effectué après le contour et le remplissage pour garantir la meilleure santé matière possible dans la zone de jonction.

Certains types de lasage associés à leur groupe sont illustrés Figure I-30 dans le cas d'une pièce comprenant une face en contre-dépouille.

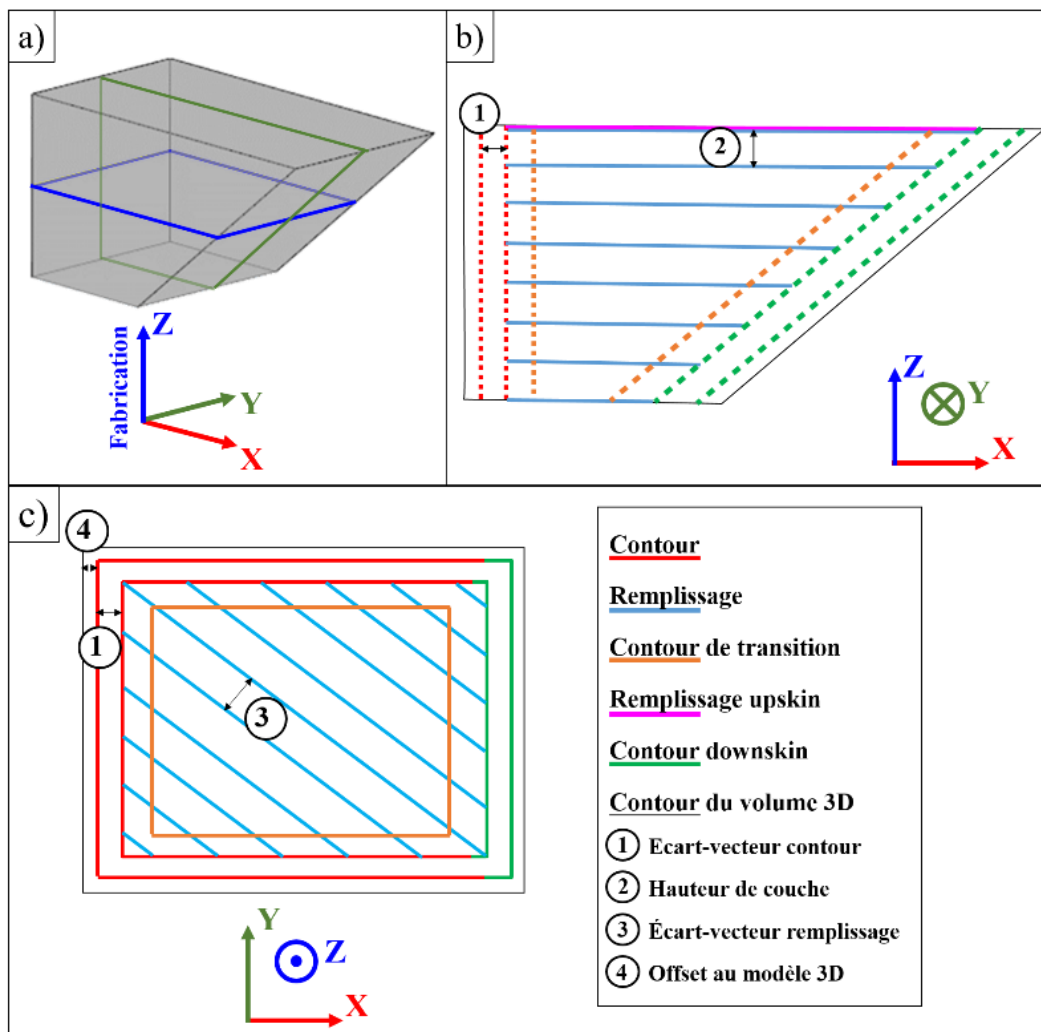


Figure I-30: a) Visualisation 3D d'une pièce simple avec une face en contre dépouille, visualisation de coupes sur les plans X-Z (vert) et X-Y (bleu) b) Visualisation des types de lasage selon le plan X-Z, c) Visualisation des types de lasage selon le plan X-Y.

I.1.4.2.4. Stratégie de balayage

I.1.4.2.4.1. Types de motif de remplissage

Il existe différents motifs de remplissage pouvant être appliqués au cœur d'une pièce, les principaux étant illustrés Figure I-31. L'un des motifs de remplissage les plus simples géométriquement est le remplissage en méandres, illustré Figure I-31 a). Cette stratégie consiste à effectuer des allers-retours avec le laser à chaque couche, en partant d'un côté du motif jusqu'à atteindre l'extrémité opposé. Le fait d'alterner les directions de balayage laser permet de gagner du temps de fabrication en minimisant la trajectoire du laser éteint entre un cordon et le suivant dans le sens opposé.

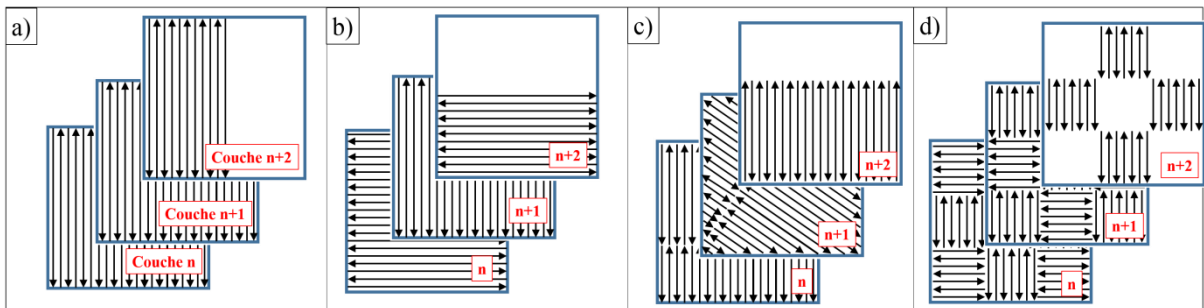


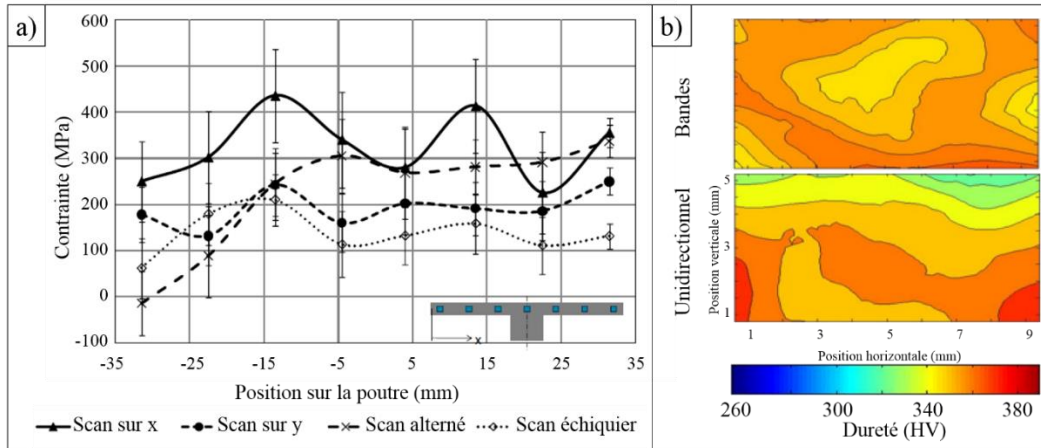
Figure I-31 : a) Stratégies en méandres b) Stratégie en méandres alternés à 90° c) Stratégies en bandes alternées à 45° d) Stratégies en échiquier alterné à 90°

Un des désavantages de cette stratégie est que l'empilement de couches avec un balayage commençant et terminant aux mêmes endroits conduit à un échauffement non uniforme, et à des gradients de propriétés mécaniques en fonction de la position dans le plan de fabrication X-Y [90]. De plus, dans le cas où peuvent apparaître des manques de fusion, ceux-ci peuvent se superposer et générer de grandes porosités allongées dans le sens de fabrication (Figure I-26).

Pour pallier ce problème, il est possible d'effectuer une rotation d'un angle prédéfini de la direction de scan à chaque couche, comme illustré Figure I-31 b) pour un angle de 90°. Cela permet de limiter un échauffement localisé et de croiser les cordons de soudure pour limiter l'apparition de manque de fusion. Un effet bénéfique de la rotation des directions de scan a été observé par Song en simulation et en expérimentation [91].

Dans le cas de la fabrication de pièces avec des grandes surfaces à laser, il peut être dans l'intérêt de l'utilisateur d'effectuer le remplissage en zones segmentées, de manière à limiter les contraintes résiduelles de traction importantes qui apparaissent dans le cas de longs cordons. Cette segmentation peut se faire en bandes (Figure I-31 c)) ou en cases (Figure I-31 d)). Le remplissage en cases ou en « échiquier » peut se faire en lasant chaque case au hasard ou en lasant toutes les cases de chaque type séquentiellement. La réduction du niveau de contraintes résiduelles, et l'homogénéité des propriétés mécaniques avec un remplissage segmenté a en effet été observé par de nombreux auteurs [90,92,93] et Figure I-32.

D'autres stratégies peuvent être appliquées, comme la génération de cordons concentriques [94], ou en trajectoires fractales [95] pour tenter de limiter l'apparition de fissures dans les superalliages base nickel.



1.1.4.2.4.2. Accélération et décélération du laser

Le déplacement du faisceau laser est assuré par un jeu de 2 miroirs qui pivotent chacun autour d'un axe distinct comme illustré Figure I-3 a), et sont actionnés par des moteurs. Pendant le lasage d'un cordon, du fait de sa masse et donc de son inertie, le miroir va avoir une période d'accélération, une période de déplacement à vitesse constante et une période de décélération. Selon la vitesse fixée et le modèle du scanner, la distance d'accélération et de décélération varie et peut atteindre des ordres de grandeur de l'ordre du millimètre [96]. Sous l'effet de la vitesse plus faible pendant les phases d'accélération et de décélération, la densité d'énergie est plus importante aux extrémités d'un cordon, ce qui induit un régime de *keyhole* et l'apparition de porosités. (Figure I-33)

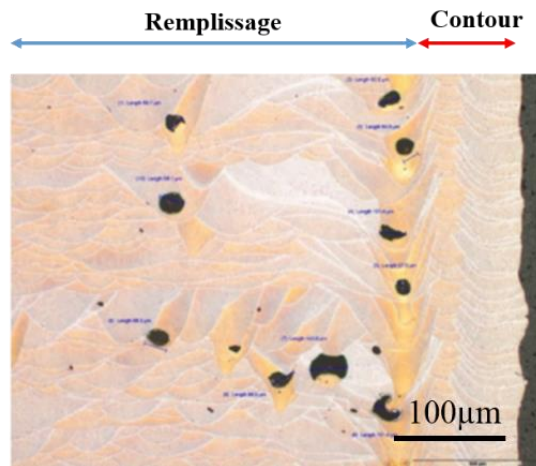


Figure I-33: Porosité de keyhole induite par une décélération du laser en fin de cordon de remplissage

Plusieurs auteurs ont en effet remarqué l'apparition de porosités sphériques dans les zones de jointure des différentes bandes ou cases liées à la stratégie de balayage [20,97,98]. Malgré le bénéfice d'homogénéité thermique apporté par la stratégie, le taux de porosité se voit alors multiplié par le nombre de jonctions des différentes zones scannées, et peut donc avoir un impact négatif sur la tenue mécanique de la pièce.

La solution apportée par les constructeurs de galvanomètres est le mode *skywriting*, qui consiste à éteindre le laser pendant les phases d'accélération et de décélération effectuées en dehors des zones lasées (Figure I-34). Cette fonctionnalité limite les porosités en fin de cordon, avec pour contrepartie d'augmenter légèrement le temps de fabrication des pièces.

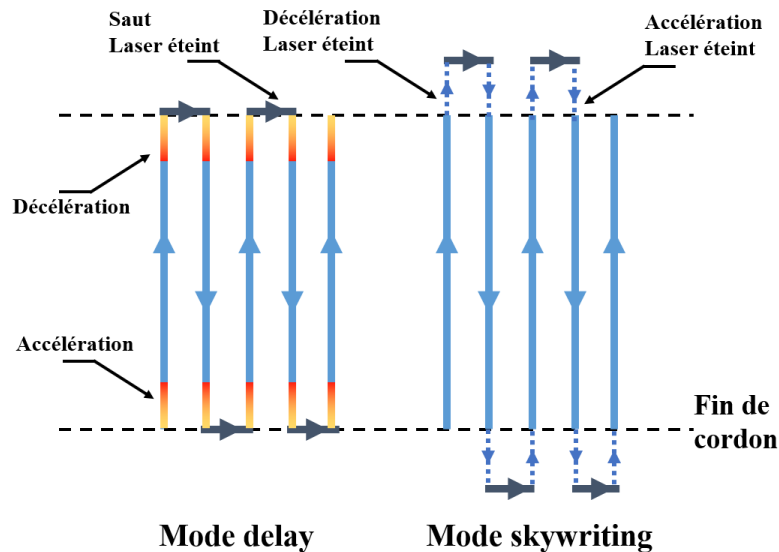


Figure I-34: Comparaison des trajectoires laser pour le mode classique (delay) et le mode skywriting

Le choix des paramètres de fabrication dépend évidemment du matériau et de ses caractéristiques. Certains matériaux peuvent nécessiter des attentions particulières du fait de leur tendance à la fissuration, ou à l'apparition fréquente de porosités au sein de la matrice. L'étude de ce manuscrit s'est focalisée sur le contrôle de la santé matière de pièces en acier inoxydable 316L.

1.2. Acier 316L : caractéristiques et propriétés des pièces SLM

1.2.1. Les aciers inoxydables

Les premières découvertes et développements des alliages inoxydables ont commencé en Angleterre et en Allemagne vers 1910. Ce n'est qu'au milieu des années 1920 que la production s'intensifia, notamment avec l'implication des Etats-Unis. Dans les années 1970, la méthode de décarburation par oxygène-argon inventée par Praxair permit le développement

d'aciers avec un taux d'azote finement contrôlé et un taux de soufre minimal si désiré. Aujourd'hui, les aciers inoxydables sont utilisés dans de nombreux domaines, allant des ustensiles culinaires à l'industrie pétrochimique, en passant par le biomédical. [99]

Les aciers inoxydables sont constitués d'un alliage à base de fer et de chrome, avec une valeur minimale de chrome de 10.5% pour un taux de carbone ne dépassant pas 1.2% [100]. Peu de ces aciers dépassent 30% en chrome ou moins de 50% de fer [99] Ce taux important de chrome permet de créer une fine couche de passivation d'oxyde de chrome Cr_2O_3 plus ou moins hydratée, isolant le matériau de l'environnement et le protégeant de la corrosion. Dans le cas où une rayure apparaît, cette couche a la particularité de se reformer rapidement en réagissant avec l'humidité ou l'oxygène environnant. L'addition d'autres éléments que le chrome permet d'améliorer certaines caractéristiques du matériau, comme le nickel, le molybdène, le silicium, l'azote ou le soufre. Ces éléments peuvent conférer une résistance supérieure à la corrosion, aux hautes températures, une facilité d'usinage, etc...

En fonction de l'application désirée et des éléments en présence, les aciers inoxydables se séparent en cinq familles, dépendant des 3 phases principales (ferrite, martensite et austénite) présentées sur le diagramme de Schaeffler et DeLong Figure I-35:

-les aciers ferritiques : Structure cubique centrée (CC). Ils contiennent majoritairement du nickel et du chrome, et ont une bonne ductilité et formabilité. Leurs performances à hautes températures ne sont toutefois pas aussi bonnes que celles des aciers austénitiques.

-les aciers martensitiques : Structure CC distordue. Ces matériaux sont ferromagnétiques, peuvent se durcir via des traitements thermiques, et ne sont résistants à la corrosion que dans les milieux peu agressifs.

-les aciers duplex : mélange de ferrite CC et d'austénite FCC à des proportions variables. Ces proportions dépendent des éléments d'addition et du traitement thermique subi.

-les aciers à durcissement par précipitation : Ces aciers contiennent généralement de l'austénite et de la martensite, et peuvent atteindre des duretés plus grandes par précipitation de la structure martensitique.

-les aciers austénitiques : structure cubique face centrée (FCC), paramagnétique, avec de bonnes propriétés mécaniques à basse et haute température.

Le diagramme de Schaeffler est à l'origine utilisé en soudage, notamment pour prédire et éviter la fissuration à chaud des aciers inoxydables, en assurant la présence d'un faible taux de ferrite. La ferrite peut en effet limiter l'impact des impuretés générant des ségrégations à faible température de fusion, ou des fissures interdendritiques.

Les éléments d'addition peuvent être considérés γ -gènes s'ils favorisent l'apparition d'austénite, ou α -gènes s'ils favorisent l'apparition de ferrite. Les principaux éléments d'addition dans les aciers austénitiques sont présentés Tableau I-3

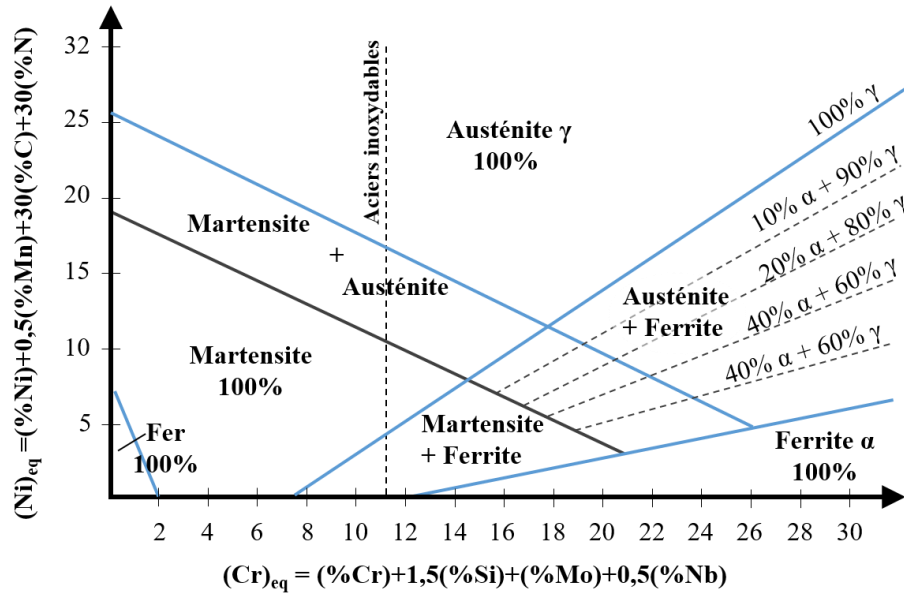


Figure I-35: Diagramme de Schaeffler [101] et diagramme de Delong avec le taux de ferrite α [102] pour le nickel équivalent

| Élément d'addition | Chrome (Cr) Molybdène (Mo) | Nickel (Ni) | Manganèse (Mn) | Silicium (Si) |
|--------------------|-------------------------------|---|-----------------------|-------------------------|
| Intérêt | Résistance à la corrosion | Meilleures propriétés mécaniques, ductilité | Absorption de l'azote | Résistance à l'abrasion |
| Effet | α -gène | γ -gène | γ -gène | / |

Tableau I-3: Principaux éléments d'alliages dans les aciers austénitiques et propriétés associées

1.2.2. Acier 316L

Parmi les aciers austénitiques, l'un des alliages les plus répandus est l'alliage X2CrNiCuMo17-12-2 selon la norme ISO des aciers inoxydables. [100] Cet acier est appelé AISI 316L selon la norme américaine équivalente, et le nom 316L sera retenu dans ce mémoire. Sa composition nominale est donnée Tableau I-4

| Élément | Fe | C | Cr | Ni | Mn | Mo | Si | P | S | N |
|-------------------------|----|-------|-------|-------|----|-----|----|--------|-------|------|
| Proportion (% en masse) | | ≤0.03 | 16-18 | 12-13 | ≤2 | 2-3 | ≤1 | ≤0.045 | ≤0.03 | ≤0.1 |

Tableau I-4: Composition chimique du 316L [100]

Comme indiqué Figure I-36, l'apport en molybdène par rapport à sa nuance mère l'acier 302, permet d'accroître la résistance à la corrosion, plus précisément à la piqûration en milieu chlorurés, ce qui confère à cette nuance d'acier une utilisation privilégiée dans les milieux nautiques et dans les circuits primaires de centrales nucléaires. L'appauvrissement en carbone (L = *low carbon*) lui permet d'avoir une meilleure tenue à haute température en limitant la décarburation, pouvant causer l'apparition de cloques et de fissures, et lui confère surtout une

meilleure résistance à la corrosion intergranulaire, en évitant le phénomène de sensibilisation par déchromisation à proximité des joints de grains lors de la précipitation de Cr_{23}C_6

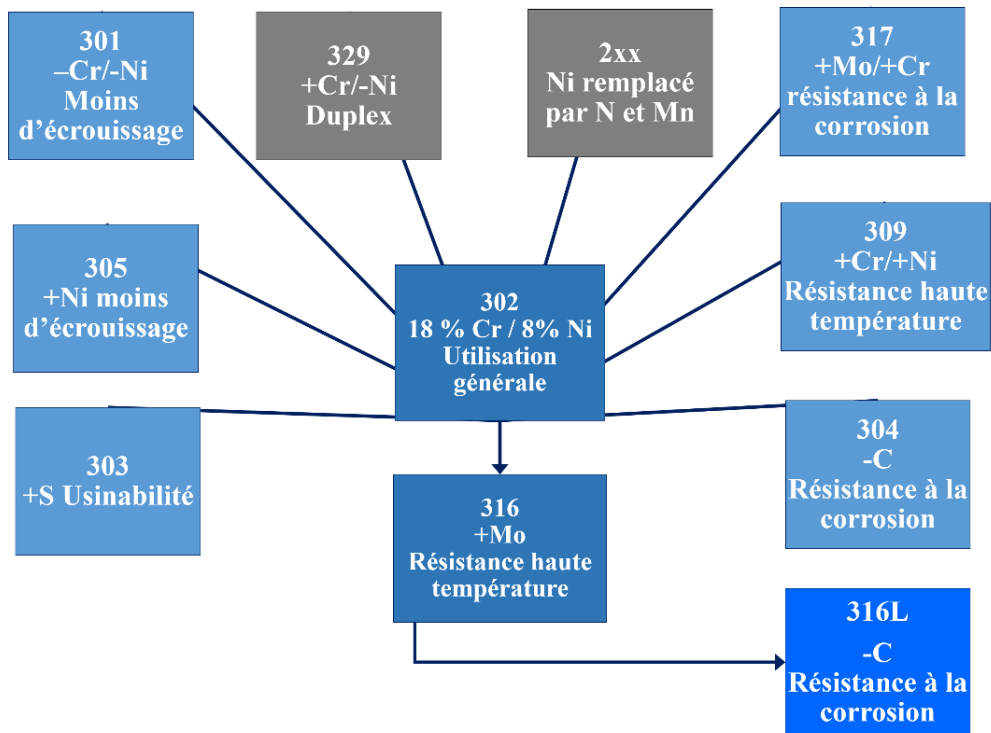


Figure I-36: Filiation de l'acier 316L, d'après [99]

I.2.3. Fabrication de pièces en 316L via SLM

I.2.3.1. Les débuts du procédé en 316L

Le 316L est l'un des premiers matériaux ayant été mis en œuvre par des procédés de fusion de lit de poudre. Meiners [103] rapporte dès 1999 la fabrication de pièces en 316L via un procédé assimilable aujourd'hui au procédé SLM. La technique est alors novatrice par rapport aux procédés précédents de type *Selective Laser Sintering* (SLS) nécessitant une poudre parfois mélangée à un matériau liant. Les taux de porosité élevés dans les pièces finales limitaient alors leur utilisation dans l'industrie à cause de leurs faibles propriétés mécaniques, notamment à cause des phénomènes de *balling* induits par les faibles puissances laser utilisées. La matière première pour le procédé SLM est alors seulement une poudre sphérique pour assurer une bonne coulabilité, avec des dimensions de particules entre 20 et 50 μm (Figure I-37 a)). Le procédé permet d'avoir des cordons réguliers et nécessite alors moins de post-traitements.

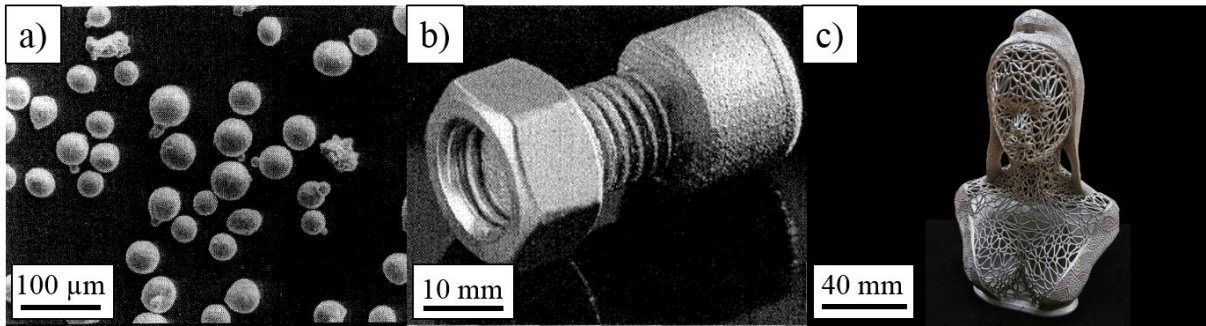


Figure I-37: a) Poudre de 316L utilisée pour les premières fabrications SLM, b) Pièce de démonstration en 316L. D'après Meiners [103] c) Buste de Marianne en 316L fabriqué par Add'up et offert au président de la République

En utilisant un laser Nd : YAG de 110 W de puissance, avec des hauteurs de couche de 50 à 100 µm (Figure I-37 b), Meiners obtient des propriétés mécaniques proches de celles du même matériau mis en forme via des procédés conventionnels, malgré un allongement trois à quatre fois plus faible que celui des pièces conventionnelles. Morgan [104] rapporte en 2004 la création de cubes de 316L en utilisant un laser Nd : YAG de 90 W en régimes pulsé ou continu, pour des couches de poudre de 100 µm. La porosité des pièces finales avoisine alors les 10 %. Par la suite, un intérêt croissant est porté à la fabrication SLM de pièces 316L pour la génération de pièces uniques ou en petites séries, notamment dans le domaine du biomédical où plusieurs études de faisabilité sont réalisées [105–107]. Enfin, Kruth [108] définit l'une des premières fenêtres paramétriques du procédé pour assurer la continuité des cordons SLM en 316L.

1.2.3.2. L'industrialisation du procédé et son perfectionnement

Le potentiel de la fabrication de pièces en 316L via la méthode SLM a vu le nombre total d'études sur le sujet presque doubler entre 2016 et 2018. L'un des axes majeurs de recherche porte sur la reproduction de géométries complexes, avec les pièces architecturées ou issues de l'optimisation topologique [109,110]. L'intérêt de ce type de pièce est d'offrir de bonnes performances mécaniques tout en réduisant leur poids. La cadence de production du procédé SLM est aussi au cœur de la problématique industrielle. Le rapport PIPAME [111] rapporte en effet la nécessité d'augmenter les volumes horaires produits par les machines afin de réduire leur coût d'amortissement, venant au premier ordre devant le prix d'achat des machines. Depuis 2016, plusieurs études [112,113] ont montré la possibilité de fabriquer des pièces avec une densité supérieure à 99 % à des puissances de 400 W, permettant d'accroître la vitesse de scanning et donc le rendement du procédé d'un facteur trois à quatre par rapport aux puissances de 100 W. Plus récemment, Montero-Sistiaga [114] a montré que l'utilisation de grands faisceaux lasers de 700 µm de diamètre à distribution de puissance *top-hat* (uniforme et non gaussienne) de 1 kW pouvait encore doubler cette cadence. La multiplication des lasers dans les machines industrielles permet également d'accroître d'autant plus cette cadence. En France, l'entreprise Add'up, filiale de Michelin fondée en 2015, a illustré la capacité de combiner la vitesse de production à la qualité des pièces architecturées avec un buste de Marianne en structure lattice fabriqué en 3 heures (Figure I-37 c)). Récemment, la machine SLM 800 de SLM Solutions munie de 4 lasers de 700 W affiche des taux de production pouvant dépasser les 170 cm³.h⁻¹ [115], plus que quadruplant les vitesses de production courantes (voir Tableau I-1)

Enfin, l'augmentation de la productivité des systèmes de fusion de lit de poudre ne s'est pas faite au détriment des performances mécaniques des pièces. Plusieurs études récentes montrent en effet que les propriétés mécaniques du 316L SLM, induites par sa microstructure spécifique, tendent à se rapprocher, voire dépasser les propriétés mécaniques du 316L fabriqué avec des méthodes usuelles.

1.2.3.3. Traction

1.2.3.3.1. Comparaison au 316L conventionnel

De nombreux auteurs ont cherché à estimer les propriétés mécaniques de l'acier 316L fabriqué via le procédé SLM. En raison du grand nombre de paramétrage laser possibles, des différents modèles de machines de fabrication, des différentes poudres de 316L sur le marché, et des conditions expérimentales variables, les résultats varient d'un auteur à l'autre. Pour évaluer les tendances globales, le Tableau I-5 résume une partie des mesures de la littérature pour des essais de traction quasi-statique sur des éprouvettes de 316L SLM fabriquées verticalement.

| Nom | Limite Élastique (MPa) | Contrainte maximale (MPa) | Allongement maximal (%) |
|------------------------------------|------------------------|---------------------------|-------------------------|
| Bartolomeu 2017 [116] | 489±5 | 635±14 | 25±2 |
| Casati 2016 [117] | / | 580,7±14,5 | 35 ¹ |
| Di 2012 [82] | / | 614±28 | 31±3 |
| Elangeswaran 2019 [25] | 453±6 | 573±6 | 46±1 |
| Eriksson 2018 [118] | 526,3±8,8 | 626,7±5,6 | 47,8±5,6 |
| Röttger 2016 [119] | 427±18 | 523±12 | 15±4 |
| Leuders 2014 [120] | 510±5 | 600±2 | 55±3 |
| Liverani 2017 [28] | 490 | 575 | 70 |
| Mertens 2014 [121] | 444±26,5 | 567±18,6 | 8±3 |
| Montero-Sistiaga 2018 [114] | 499±20 | 620±39 | 46±4 |
| Pham 2017 [122] | 520±10 | 570±10 | 45±5 |
| Saedi 2015 [123] | 456±17 | 703±8 | 48 |
| Salman 2019 [12] | 550±10 | / | 50±5 |
| Suryawanshi 2017 [124] | 439±15 | 518±6 | 12±1 |
| Tolosa 2010 [125] | 539±15 | 582±15 | 43,5±2,3 |
| Wang 2017 [126,127] | 450±10 | 640±15 | 59±6* |
| Yakout 2018 [128] | 480±15 | 632,5±35 | 65* |
| Zhong 2016 [129] | 487±3 | 494±4 | 49±4 |

Tableau I-5: Variabilité des propriétés mécaniques en traction uniaxiale d'éprouvettes de 316L fabriquées verticalement en SLM, et sans traitement thermique. Les auteurs soulignés ont également fait des mesures pour les mêmes paramétrages laser sur des éprouvettes fabriquées horizontalement (Tableau I-8)

¹ Allongement maximum avant striction

On constate une grande variabilité des limites d'élasticité, limite à rupture et allongement en fonction des auteurs. L'allongement à rupture est la grandeur dont la variabilité est la plus notable, allant de 8% [121] à 65 % [128]. Il est à noter que certains auteurs ne communiquent que la valeur d'allongement maximale, qui peut varier grandement en fonction du niveau de striction de l'échantillon. L'allongement maximum avant striction reste une grandeur plus représentative du matériau. Les faibles valeurs d'allongement à rupture sont principalement attribués à la présence de fissures et de pores, notamment sous forme de manques de fusion [28,119,121,130]. Ceux-ci concentrent localement les contraintes, pouvant occasionner une déformation plastique prématurée et une rupture. Les résultats de la littérature montrent en effet qu'un ou plusieurs pores en *cluster* diminuent la ductilité du matériau, notamment lorsque ceux-ci ont des formes irrégulières [131,132]. Plusieurs auteurs ont remarqué que les pièces fabriquées à des densités d'énergie trop faibles (manque de fusion) ou trop élevées (pores de *keyhole*) [28,128] ne permettaient pas d'atteindre une contrainte ou un allongement maximal (Figure I-38 a) et b)). Une corrélation directe entre le taux de porosité et l'allongement maximal est illustrée Figure I-38 c) en combinant les courbes allongement vs VED et porosité vs VED de Yakout [128] pour du 316L fabriqué en SLM. De la même manière, le module d'Young mesuré expérimentalement dans un matériau SLM poreux [133] est plus faible que celui d'un matériau dense [134]. Le taux de porosité est alors considéré comme de l'endommagement et $E = E_0 * (1 - D_v)$ avec D_v = proportion de vide.

La stratégie de fabrication peut aussi influencer sur les propriétés mécaniques. Liverani [28] a observé qu'effectuer une rotation de 45° à chaque nouvelle couche de cordons contribuait à obtenir de plus grandes contraintes à rupture que les mêmes échantillons fabriqués avec des rotations de 90° à chaque couche, qui eux se montraient plus ductiles. Qiu [135] a observé de meilleures propriétés pour les échantillons fabriqués en mode méandre qu'en mode échiquier. Ceci est principalement lié à la présence de pores aux nombreuses zones de jonction en stratégie échiquier (Figure I-38 d-e)) décrite précédemment en I.1.4.2.4.1.

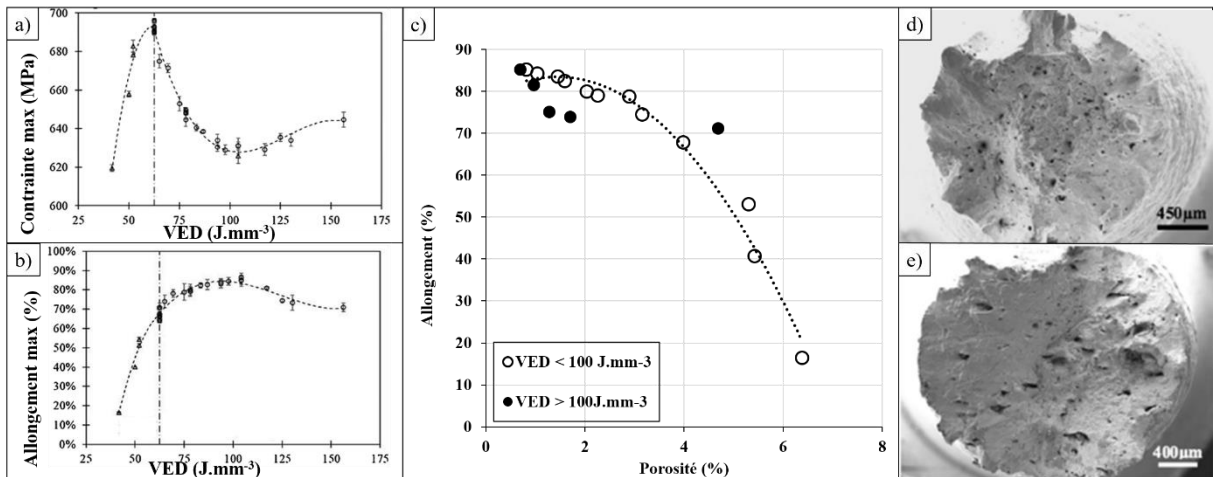


Figure I-38:a) Évolution de la contrainte maximale en traction pour du 316L SLM en fonction de la VED b) Évolution de l'allongement maximal en fonction de la VED, c) Évolution de l'allongement maximal en fonction de la porosité. D'après Yakout [128]. Facies de rupture d'une éprouvette de traction fabriquée d) en mode méandre, e) en mode échiquier. D'après [135].

En comparant les propriétés du 316L SLM à celles du 316L issu de méthodes conventionnelles (Tableau I-6), on peut noter de grandes différences dans les propriétés mécaniques en traction. On remarque tout d'abord que la limite d'élasticité obtenue par SLM

est largement supérieure à celle obtenue via les procédés conventionnels. La plus faible limite élastique mesurée en SLM est en effet supérieure de 50 MPa à la plus haute valeur du 316L mis en forme avec les méthodes conventionnelles. Tous les auteurs s'accordent pour dire que cette limite est principalement attribuée aux spécificités microstructurales, via un effet associable à Hall-Petch dans le matériau fabriqué en SLM, dont les origines seront décrites ultérieurement.

| Type | Limite Élastique (MPa) | Contrainte maximale (MPa) | Allongement à rupture (%) |
|---|------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Laminé à chaud [99] | 170 | 480 | 40 |
| Recuit [136] | 180 | 600±100 | 40 |
| Forgé [116] | 201±30 | 452±25 | 45±4 |
| Forgé laminé [137] | 220-270 | 520-680 | 40-45 |
| Forgé HIP [119] | 230±4 | 562±7 | 81±7 |
| Forgé [99] | 262 | 552 | 55 |
| Laminé à froid [99] | 255-310 | 525-623 | 30 |
| Pressé à chaud [116] | 294±5 | 575±4 | 34±3 |
| Surface mechanical attrition treatment [25] | 300 | 650 | 55 |
| Forgé recuit laminé [128] | 310 | 585 | 35 |
| Forgé [138] | 345 | 563 | 30 |
| Forgé [119] | 366±23 | 593±16 | 69±18 |

Tableau I-6: Propriétés mécaniques en traction uniaxiale d'éprouvettes de 316L fabriquées par des méthodes conventionnelles

En omettant les faibles valeurs d'allongement SLM dues à la présence de forts taux de porosité chez certains auteurs, les valeurs hautes des allongements à rupture et des contraintes maximales (Tableau I-5 et Tableau I-6) paraissent comprises dans les mêmes intervalles ($R_m \approx 500-700$ MPa et $A \% > 30$), tout en présentant des limites d'élasticité largement supérieures. Les propriétés en traction monotone des pièces 316L brutes de SLM fabriquées dans de bonnes conditions (faible taux de porosité) apparaissent donc supérieures à celles des pièces fabriquées avec les méthodes conventionnelles

1.2.3.3.2. Influence d'un post-traitement thermique

Pour des paramétrages laser identiques, l'effet de divers post-traitements thermiques sur les propriétés en traction uniaxiales du 316L fabriqué en SLM est présenté Tableau I-7. Ces traitements thermiques sont typiquement réalisés sous atmosphère inerte de type argon, pour éviter la corrosion du matériau [139]. Les résultats de plusieurs sources [12,114,120,140] montrent que pour toutes les plages de températures explorées, le traitement thermique tend à diminuer la limite élastique, sans systématiquement apporter d'augmentation significative de la ductilité via un accroissement de l'allongement maximal. L'influence du traitement thermique est très réduite en dessous de 600°C, et seuls les traitements entraînant une recristallisation partielle ou totale (>1000°C) montrent un effet prononcé sur la limite élastique. Dans ce sens, des traitements de HIP (Compaction Isostatique à Chaud ou *Hot Isostatic Pressing*) entraînant une forte modification de la microstructure tendent à ramener le comportement mécanique du

matériau à celui du 316L mis en forme avec des procédés conventionnels. La contribution à l'augmentation de l'allongement maximal du HIP ou d'un traitement thermique à haute température étant minimale voire inexistante, les post-traitements thermiques entraînent globalement une diminution des propriétés mécaniques.

| Type et source | Limite élastique (MPa) | Contrainte maximale (MPa) | Allongement (%) |
|---------------------------------------|------------------------|---------------------------|-----------------|
| Brut [12] | 550±10 | 1016±8* | 55 |
| 300°C 6h [12] | 459±3 | 969±5* | 56 |
| 600°C 6h [12] | 440±3 | 941±4* | 55 |
| 1000°C 6h [12] | 347±8 | 836±7* | 46 |
| 1100°C 6h [12] | 243±5 | 814±7* | 52 |
| 1400°C 6h [12] | 174±7 | 712±4* | 47 |
| Brut [114] | 496±40 | 617±77 | 47±8 |
| HIP 1155 °C 3h 1000 bars [114] | 355±12 | 596±20 | 39±8 |
| Brut [120] | 510±5 | 600±2 | 54±3 |
| 650°C 2h [120] | 482±5 | 618±2 | 54±2 |
| HIP 1150 °C 2h 1000 bars [120] | 376±5 | 587±2 | 64±3 |
| Brut [140] | 638±11 | 752±16 | 41±3 |
| 1050°C 2h [140] | 424±8 | 673±13 | 44±3 |
| 1200 °C 2h [140] | 416±9 | 684±16 | 52±3 |

Tableau I-7: Évolution des propriétés mécaniques en traction uniaxiale d'éprouvettes de 316L brutes après différents post-traitements thermiques. Les résultats marqués d'une étoile * représentent la contrainte rationnelle, dépendante de la section de l'éprouvette à l'instant t , et non la contrainte conventionnelle.

Bien qu'il n'apporte pas d'augmentation des propriétés mécaniques, le post-traitement thermique des pièces de 316L SLM peut garder un attrait particulier dans l'industrie. En effet, pour certaines pièces, un traitement thermique permet notamment de réduire le taux de contraintes résiduelles [141], pouvant parfois induire une déformation de la pièce fabriquée après désupportage [128]. L'application d'un traitement thermique avant de désupporter la pièce permet donc de garder de bonnes qualités dimensionnelles. Dans le cas d'une pièce contenant un grand nombre de défauts poreux, un traitement de HIP permettra de refermer les pores dans le volume, ce qui peut considérablement accroître l'allongement maximal d'une pièce [142] et fiabiliser le comportement du matériau.

1.2.3.3. Anisotropie mécanique : impact du sens de sollicitation/sens de fabrication

L'anisotropie mécanique du 316L SLM peut facilement être mise en évidence en comparant les propriétés mécaniques d'éprouvettes fabriquées verticalement et horizontalement (Exemples A et C Figure I-7).pour un paramétrage laser identique. Les performances en traction uniaxiale pour des éprouvettes fabriquées horizontalement sont disponibles Tableau I-8.

| Nom | Limite Elastique (MPa) | Contrainte maximale (MPa) | Allongement à rupture (%) |
|-------------------------------|------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Brytan 2017 | 539±3 | 600±3 | 28±0,5 |
| Casati 2016 [117] | 554±4,6 | 684,7±4,7 | 27±3 ¹ |
| Choi 2016 [85] | 531,8±2,7 | 573±5,8 | 41,3±1,4 |
| Di 2012 [82] | / | 549±15 | 19±4 |
| Röttger 2016 [119] | 408,3±21 | 512,3±9,7 | 18,1±2,2 |
| Mertens 2014 [121] | 530±4 | 655±4 | 16,4±0,7 |
| Mower 2016 [138] | 496 | 717 | 30 |
| Qiu 2018 [135] | 539±18 | 676,5±11 | 29±5 ¹ |
| Suryawanshi 2017 [124] | 536,4±4 | 668,4±5 | 24,7±2 |
| Tolosa 2010 [125] | 628±37 | 667±11 | 29±4 |
| Wang 2016 [143] | / | 590±12 | 21±1 |
| Wang 2017 [126] | 550±15 | 680±20 | 41,5±5 ¹ |
| Zhang 2017 [144] | 634±40 | 759±44 | 43±2,5 |

Tableau I-8: Propriétés mécaniques en traction uniaxiale d'éprouvettes de 316L fabriquées horizontalement en SLM. Les auteurs soulignés ont fait des mesures pour les mêmes paramètres laser sur des éprouvettes fabriquées verticalement (Tableau I-5)

En comparant le Tableau I-6 et le Tableau I-8, on constate que la limite d'élasticité pour les éprouvettes horizontales est en moyenne 60 MPa supérieure à la limite d'élasticité des éprouvettes verticales (540 MPa contre 480 MPa). De même, la contrainte maximale est elle aussi généralement plus élevée. En contrepartie, l'allongement à rupture est en moyenne 10% moins important, ce qui traduit une moins bonne ductilité du matériau lorsque la sollicitation est perpendiculaire à la direction de fabrication. Cette tendance peut s'inverser dans le cas où l'alignement horizontal des défauts de fabrication (pores, inclusions) à chaque couche les rend bien plus nocifs dans le cas d'une direction de sollicitation perpendiculaire. On remarque en effet (Figure I-39 a)) plusieurs ruptures prématurées d'éprouvettes fabriquées verticalement, que Casati [117] attribue à des concentrations de défauts alignés de manière défavorable lors d'une sollicitation parallèle au sens de fabrication.

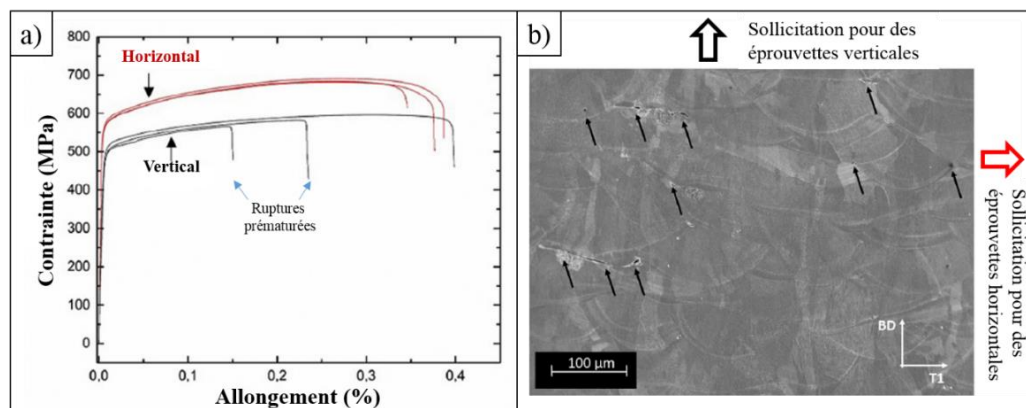


Figure I-39: a) Comparaison des courbes de traction d'éprouvettes de 316L SLM fabriquées verticalement et horizontalement b) Représentation des défauts (flèches noires) par rapport aux deux directions de sollicitation. D'après Casati [117]

¹ : Allongement maximum avant striction

Les travaux de Wang [126] et Liu [145] ont en effet montré que des pièces de 316L SLM, en l'absence de pores de grande taille, permettaient d'obtenir un allongement important pour des limites d'élasticité supérieures à des 316L mis en forme par d'autres procédés, entraînant des nano-macles, des grains de petites dimensions, ou des microstructures bimodales (Figure I-40).

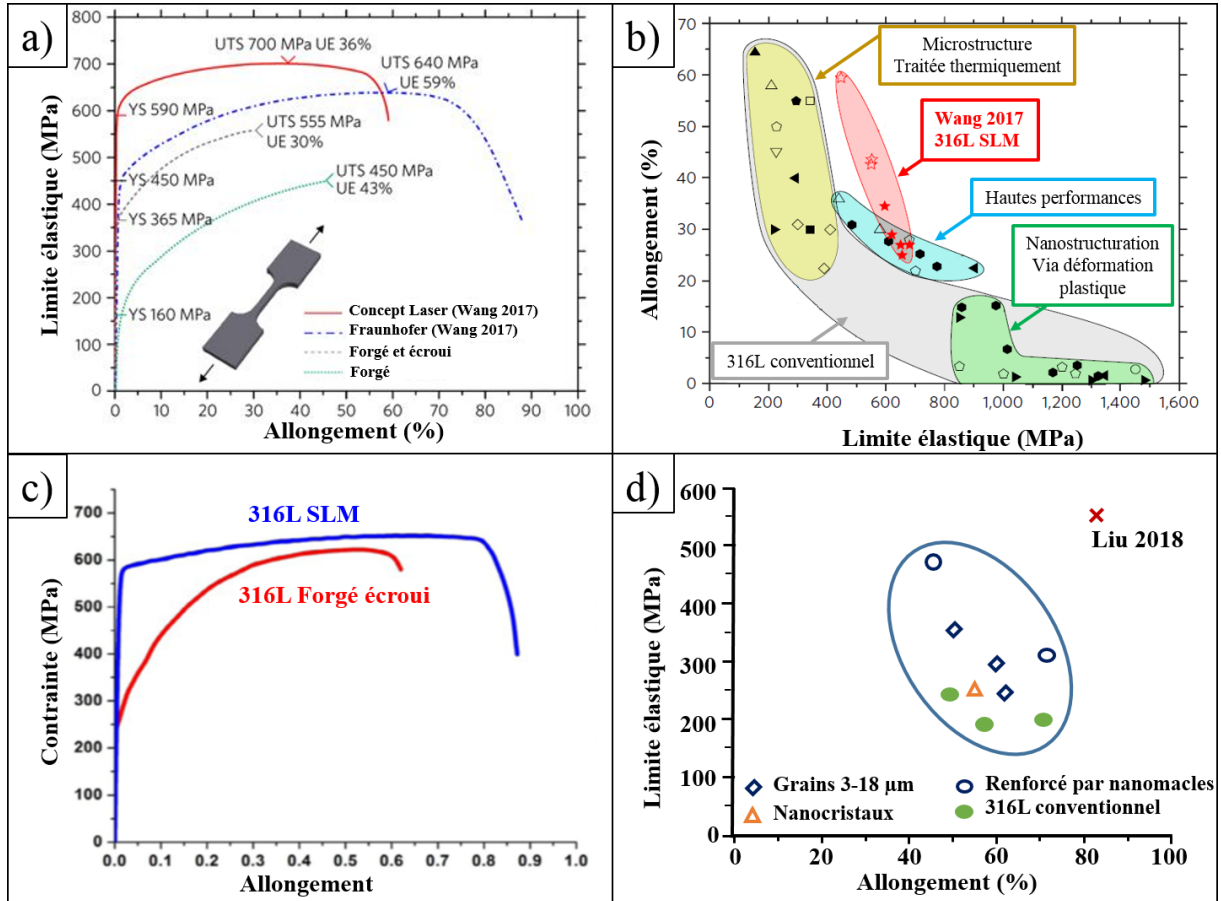


Figure I-40 : a), c) Comparaison des performances mécaniques de pièces 316L SLM aux procédés conventionnels. b), d) Diagramme d'Ashby situant le 316L SLM en limite d'élasticité et allongement maximal par rapport à d'autres procédés. D'après Wang et Liu [126,145].

Un procédé SLM bien maîtrisé pour de l'acier 316L permettrait donc de sortir du croissant de stabilité du compromis « résistance-ductilité » du diagramme d'Ashby (Figure I-40 b) et d)). Cet effet est le résultat d'une microstructure spécifique du procédé discutée ci-dessous.

1.2.3.4. Microstructure

La contribution de la microstructure de pièces de 316L SLM aux propriétés mécaniques se fait à plusieurs échelles, d'abord au niveau des grains pouvant être quasi-millimétriques, et jusqu'à des constituants de dimensions nanométriques

I.2.3.4.1. Grains

Les grains de pièces 316L SLM sont typiquement d'une taille de l'ordre de 10 à quelques centaines de micromètres [124,126,146] (Figure I-41), bien qu'il soit possible d'obtenir des grains de dimensions supérieures au millimètre dans certaines configurations [147,148]. Par contre, aucune macule n'est observable sur un 316L brut de SLM. Pour mémoire, en EBSD (*Electron Back-Scattered Diffraction*), on définit souvent la limite entre 2 grains (joints de grains) par une désorientation angulaire de plus de 10-15 degrés entre les mailles du système cristallin. Les limites entre les sous joints de grains, s'il y en a, sont réservées à des différences angulaires comprises entre 2 et 10-15 degrés.

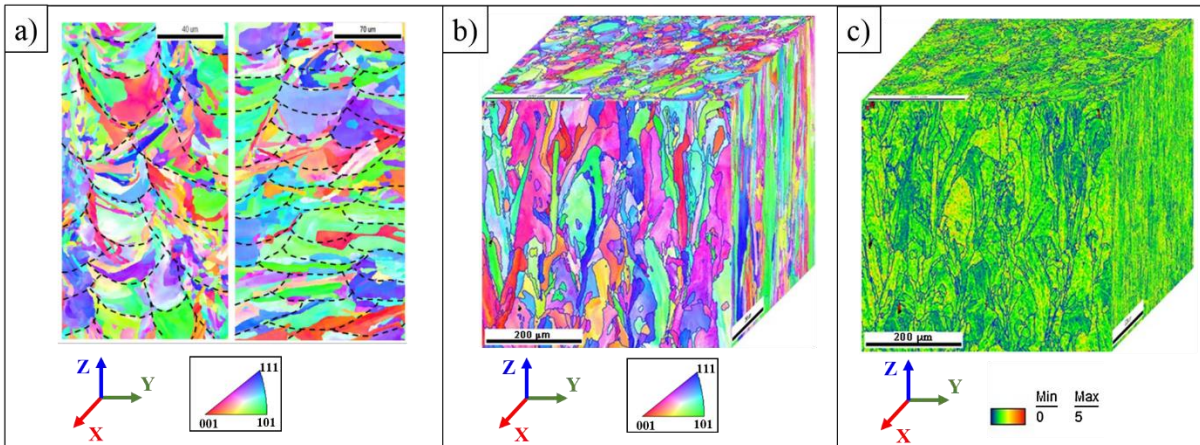


Figure I-41: a) Cartographie EBSD (*Electron Back-Scattered Diffraction*) d'un échantillon SLM 316L et soulignement des cordons SLM en noir. D'après Deev [146]. b) Cartographie EBSD d'un échantillon 316L sur les 3 plans de fabrication, limite des grains en bleu, c) Cartographie des désorientations locales KAM (*Kernel Average Misorientation*) sur les 3 plans de fabrication. D'après Kong [140]. Z= direction de fabrication.

On constate Figure I-41 a) que les grains peuvent épouser la forme des cordons, bien que ceux-ci puissent aussi être partagés entre plusieurs cordons successifs. La forme et la taille des grains issus du procédé SLM est assez aléatoire, et il est difficile d'obtenir une taille de grain sans y associer une grande incertitude. La tendance générale peut montrer des grains allongés dans le sens de fabrication (Figure I-41 b)). Une désorientation angulaire importante au sein des grains est mise en évidence par le contraste de couleur à l'intérieur des limites définies par les joints de grains. Cela est d'autant plus visible via la cartographie KAM qui traduit le niveau de déformation angulaire entre les orientations cristallographiques au sein d'un grain (Figure I-41 c)). On remarque via l'analyse de Wang [126] reportée Figure I-42 que les pics sur la cartographie KAM Figure I-42 c) se situent aux nombreux sous-joints de grains identifiés Figure I-42 b). Ces désorientations très locales sont de l'ordre de 1 à 2 degrés. De plus, tous les grains présentent des désorientations angulaires à des niveaux inférieurs au seuil de détermination des sous joints de grains, entre 0 et 1°, mises en évidence par les couleurs vert-jaune Figure I-42 c).

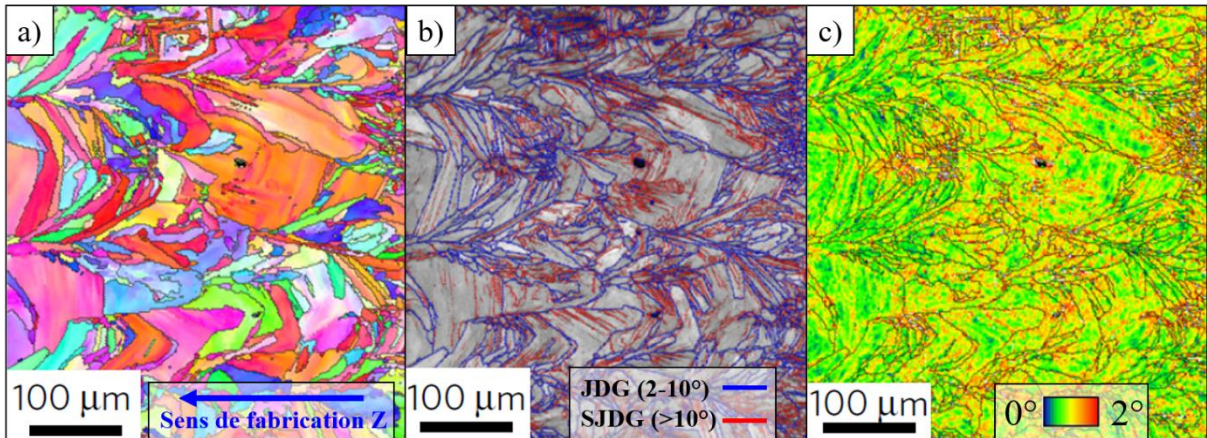


Figure I-42: a) Cartographie EBSD de la microstructure d'une pièce de 316L SLM b) Image d'indice de qualité (IQ) de l'identification des orientations cristallines et tracé des Sous-Joints De Grains (SJDG) et Joints de Grains (JDG) c) Cartographie KAM. D'après Wang [126].

Ces désorientations angulaires nombreuses traduisent la présence de Dislocations Géométriquement Nécessaires (GND) servant à accommoder les différences d'orientation. Celles-ci se distinguent des Dislocations Statistiquement Stockées (SSD) orientées dans toutes les directions, qui n'induisent pas de déformation plastique à grande échelle [149]. Un grand nombre de SSD sont aussi présentes dans les échantillons. Ces deux types de dislocations peuvent provenir de la contraction du métal liquide lors de sa solidification. La différence entre le volume du liquide et du solide est en effet d'environ 3% [150], et les vitesses de déformation sont de l'ordre de $100.s^{-1}$. Les concentrations de soluté importantes entre les cellules peuvent également générer des déformations pour accommoder la cohérence cristallographique, qui à leur tour induisent des dislocations [151]. Des dislocations peuvent également être générées à l'interface de cellules voisines ne croissant pas strictement dans la même direction.

1.2.3.4.2. Cellules

L'observation de grains individuels à plus fort grossissement révèle la présence d'une sous-structure constituée de cellules (Figure I-43). Cette sous-structure apparait suite à la solidification rapide combinée aux forts gradients thermiques, qui ne permettent pas la formation de dendrites [152], ou limitent très fortement la croissance des bras secondaires. La largeur des cellules est inversement proportionnelle à la vitesse de refroidissement ($K.s^{-1}$) (cf. diagramme de Kou [152] et mesures de Scipioni Bertoli [153] sur du 316L SLM), et donc à la densité d'énergie fournie par le laser.

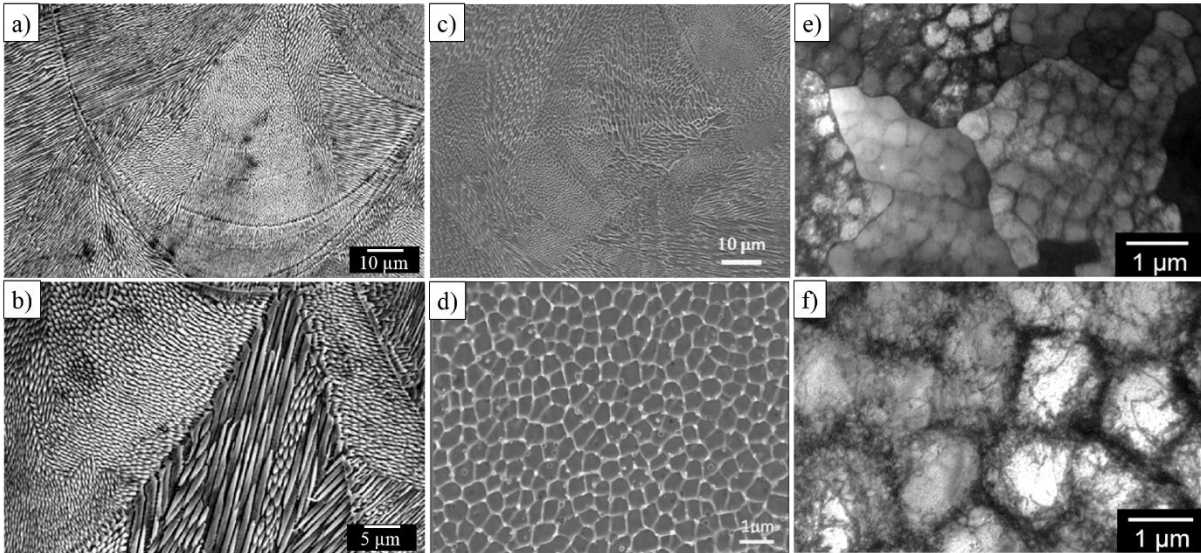


Figure I-43 : a) Observation au MEB des cellules de différentes orientations dans un cordon après attaque chimique b) À grossissement plus important entre 2 cordons. Adapté de Pham [122]. c) Sous-microstructure hétérogène observée au MEB après attaque chimique, d) À grossissement plus important dans un grain. Adapté de Saeidi [154]. e) Visualisation en champ clair au MET de grains et des structures de dislocations cellulaires f) Observation à plus fort grossissement des structures de dislocations cellulaires. Adapté de Salman [12].

En fonction des conditions favorables à la croissance de cellules (gradients thermiques locaux, épitaxie), celles-ci peuvent croître dans plusieurs directions possibles, mais sont souvent alignées dans des directions proches du sens de fabrication. On peut ainsi observer des cellules alignées dans le plan d'observation (Figure I-43 a) et b)) ou perpendiculaires au plan d'observation (Figure I-43 c) et d)) Une analyse au Microscope Électronique en Transmission (MET) par Salman [12] révèle que les zones intercellulaires contiennent une densité importante de dislocations qui accommodent la légère désorientation cristalline ($1-2^\circ$) entre les cellules.

Salman [12] observe pour des traitements thermique à 1000°C -2 h que les cellules et les murs de dislocations disparaissent, avec une recristallisation partielle, voire totale à des plus hautes températures. Cette évolution microstructurale s'accompagne d'une forte baisse de la limite élastique, dans le même sens que l'évolution provoquée par un traitement HIP.

1.2.3.4.3. Ségrégation et nano-inclusions

Des analyses chimiques fines d'abord réalisées par Saeidi en 2015 [154] ont révélé que les zones intercellulaires contenaient des proportions plus importantes de molybdène ségrégué. Il est supposé que du fait de ses grandes dimensions qui joue sur son coefficient de partage, la cinétique de solidification du molybdène ne lui permettrait pas de suivre complètement celle des autres éléments de l'alliage, et une partie serait donc ségréguée en bord de cellule [123]. Le chrome et le molybdène étant des éléments alpha-gènes, leur diffusivité dans l'austénite est plus faible que celle des autres éléments d'alliage, ce qui peut expliquer leur ségrégation entre les cellules de cristaux austénitiques. Wang [126] a pu observer cette ségrégation via une cartographie EDS en MET, où des proportions plus importantes de chrome et de molybdène étaient présentes dans les murs de dislocations de 100-150 nm entre les cellules (Figure I-44).

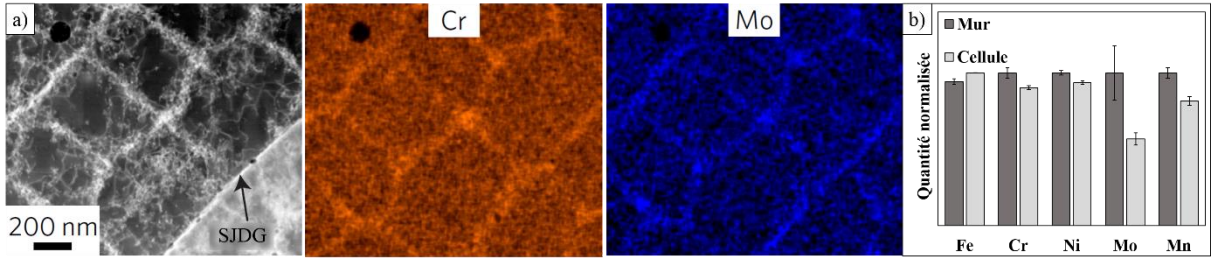


Figure I-44: a) Image METB et cartographie EDS en Chrome et Molybdène. D'après Wang [126]. b) Quantification des différents éléments dans les murs et au cœur des cellules. Adapté de Liu [145].

Certains auteurs ont mentionné une présence minime de ferrite δ [112,154,155] détectée en Diffraction à Rayons X, pouvant être induite par la présence d'éléments α -gènes dans ces murs, mais cette observation est plus souvent réservée aux procédés à refroidissement un peu plus lents comme le DMD [156]. Enfin, les murs entre les cellules peuvent aussi contenir des nano-inclusions amorphes [154] de dimensions 10-200 nm. Celles-ci sont principalement des silicates (Si, O) éventuellement enrichis en chrome, molybdène, ou autres métaux présents en quantités infimes dans l'alliage [127,140].

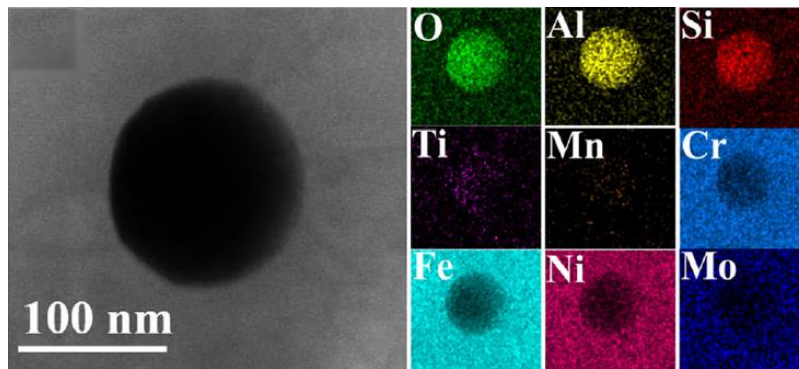


Figure I-45: Analyse d'une nano-inclusion observée par METB et analyse EDS. D'après Kong [140]

1.2.3.5. Origine des propriétés mécaniques élevées

La résistance et la ductilité de l'acier 316L SLM proviennent de ses nombreuses caractéristiques microstructurales spécifiques. L'une des premières contributions à la résistance élevée du matériau est celle de la taille des cellules, et des espaces intercellulaires. Wang [126] estime que l'effet de cette sous-microstructure constitue la contribution majoritaire à l'augmentation de la limite d'élasticité, via un effet assimilable à Hall-Petch. En l'absence de pores dictant au premier ordre les propriétés mécaniques, chaque mur entre les cellules va s'opposer au mouvement des dislocations comme un sous joint ou joint de grain, augmentant la limite d'élasticité. Du fait de sa sous-microstructure très fine, le matériau aura donc une limite d'élasticité supérieure à celles du matériau mis en forme avec des méthodes conventionnelles. Dans le cas d'éprouvettes de traction fabriquées verticalement, en raison de la structure colonnaire des grains et sous-grains, moins d'espaces intercellulaires vont contribuer à la résistance mécanique que dans le cas d'éprouvettes fabriquées horizontalement, où le nombre de murs/espaces intercellulaires sera bien plus important. Cela explique la limite d'élasticité supérieure pour un sens de sollicitation perpendiculaire au sens de fabrication. Cette affirmation

est renforcée par les observations de Wang sur la chute de la limite d'élasticité pour des tailles de cellules croissantes.

Pendant la déformation du matériau, la grande densité de dislocations, et la stabilité de l'arrangement en cellules pendant la déformation permet de canaliser les dislocations mobiles [145]. Il a en effet été observé que la structure de dislocations est maintenue par les éléments ségrégués et la microstructure. Dans le 316L conventionnel, la structure de dislocations se forme pendant la déformation plastique et se détériore avec l'apparition de bandes de glissements permanentes. De plus, le glissement secondaire provoque une annihilation partielle des dislocations. Le mouvement des dislocations étant plus freiné dans le 316L SLM, moins de dislocations atteignent la surface et forment des bandes de glissement. Cet effet, observé par Liu sur des micro-piliers en compression, augmente donc la limite d'élasticité du 316L SLM en retardant l'apparition de déformation irréversible [145]

Enfin, des études récentes ont montré une propension du 316L SLM à pouvoir se déformer par nano maclage. [122,126,145,157] Cette propriété est normalement réservée aux aciers contenant plus de 15% de Mn avec de faibles énergies de fautes d'empilement (aciers TWIP). Une faute d'empilement est caractérisée par une symétrie miroir de l'empilement des plans dans une structure cristalline, et représente une certaine énergie. La largeur de la faute d'empilement est déterminée par un équilibre entre la force répulsive exercée par 2 dislocations partielles, et la force attractive de la tension de surface de la faute d'empilement. Le 316L ayant normalement une énergie de faute d'empilement moyenne, Pham attribue l'apparition de nanomacles à la faible présence d'azote dissout dans l'alliage, suspecté de contribuer à la diminution de l'énergie de faute d'empilement [122].

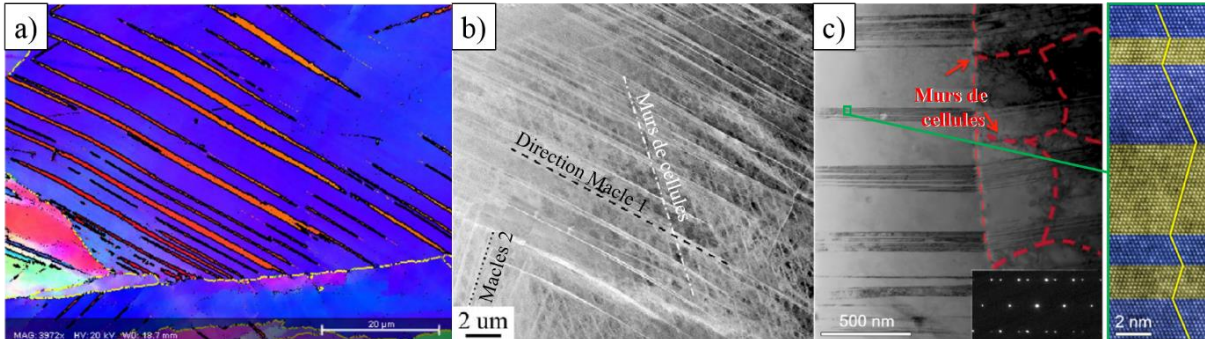


Figure I-46 :a) Cartographie EBSD d'une macle dans un grain en 316L SLM, d'après Pham [122]. b) Visualisation au METB des macles de déformation dans 2 directions et des structures cellulaires, d'après Wang [127]. c) Visualisation au METB de l'interaction des macles et de murs de cellules, zoom en METB haute résolution dans une macle (encart vert). D'après Liu [145]

La formation de ces nanomacles et leur interaction avec les murs de cellules contenant de grandes densités de dislocations contribue d'autant plus à stabiliser l'écoulement plastique, via un mouvement continu des dislocations [126,145].

La performance mécanique des matériaux obtenus par fabrication additive ne se cantonne pas seulement aux simples caractéristiques en traction uniaxiale, mais concerne également très largement la résistance en fatigue, avec des nombreuses applications dans les domaines aéronautiques, biomédicaux ...

I.2.4. Tenue en fatigue du 316L SLM

I.2.4.1. Généralités

La norme ASTM [158] désigne la fatigue comme le processus de changement structurel local et permanent dans un matériau soumis à des conditions induisant des contraintes et déformations variables dans le temps, en un ou plusieurs points, pouvant aboutir à l'apparition de fissures ou sa rupture complète après un nombre de cycles suffisant.

Le domaine de la fatigue regroupe les mécanismes qui affectent les propriétés mécaniques d'un matériau dans le temps. Un matériau sollicité cycliquement peut ainsi se fissurer et se rompre à des niveaux d'effort inférieurs à sa limite d'élasticité, ce qui rend complexe le dimensionnement des structures, et en particulier celles soumises à un spectre de chargement complexe.

La résistance d'un matériau à la fatigue caractérise sa capacité à résister à un chargement cyclique. De nombreux facteurs peuvent influencer cette résistance : le type de chargement, la microstructure du matériau, les niveaux de contraintes, la présence de défauts, l'environnement, la température...[159] Pour un chargement uniaxial, ce chargement sera généralement alterné entre deux niveaux de contraintes σ_{\max} et σ_{\min} .

On définit alors l'amplitude de contrainte :

$$\sigma_a = \frac{(\sigma_{\max} - \sigma_{\min})}{2} \quad \text{Eq. I-15}$$

Et la contrainte moyenne :

$$\sigma_m = \frac{(\sigma_{\max} + \sigma_{\min})}{2} \quad \text{Eq. I-16}$$

I.2.4.2. Courbe de Wöhler

La découverte de la fatigue date du 19^{ème} siècle où des ingénieurs constataient l'apparition de fissures sur des ponts ou des parties de rails. Dans la 2^{ème} partie du siècle, August Wöhler introduisit l'idée de limite de fatigue à N cycles, reliant ainsi la contrainte S de sollicitation à la durée de vie, ou nombre de cycles, N. On parle aussi de courbe S-N. La Figure I-47 a) montre l'évolution de la limite d'endurance du 316L entre 10^4 et 10^7 cycles avec la contrainte maximale à R=-1¹.

¹ : R est ici le rapport de charge, soit le ratio $\frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}}$

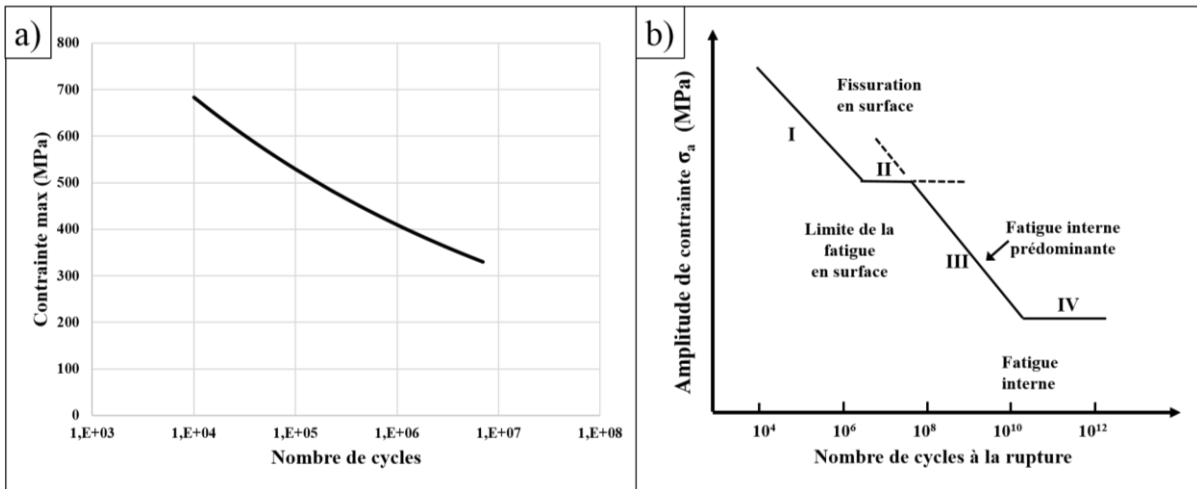


Figure I-47: a) Courbe S-N pour un 316L conventionnel avec $\sigma_{min}/\sigma_{max} = 0.1$, adapté de Mohamad [160]. b) Schématisation de la double limite d'endurance surfacique et interne, adapté de Nishijima [161].

On a pendant un temps considéré l'existence d'une limite d'endurance absolue, en dessous de laquelle une rupture en fatigue ne pouvait pas avoir lieu, justifiant l'allure asymptotique d'une courbe de Wöhler après 10^7 cycles (Figure I-47 a)). Aujourd'hui, des tests à plus hautes fréquences permettant d'atteindre des régimes gigacycliques ont montré qu'il n'existait peut-être pas de limite d'endurance bien définie au-delà de 10^{10} cycles [162], bien que la décroissance de cette limite devienne marginale à des nombres de cycles très importants, et que la stabilité des machines de test sur de longues périodes peut être discutable [163]. Pour combiner l'apparente limite d'endurance d'abord observée vers 10^6 - 10^7 cycles à l'idée d'une limite de fatigue absolue, Nishijima a émis l'hypothèse de l'existence d'une double limite de fatigue, la première étant régie par l'absence de fissures en surface, et la seconde, à plus grand nombre de cycles, en interne [161] (Figure I-47 b)).

En fonction de l'ordre de grandeur du nombre de cycles, on distingue 3 types de sollicitation en fatigue :

- La fatigue oligocyclique ou à faible nombre de cycles (de 0.5 à 10^4 cycles). 0.5 cycles = test de traction simple. L'initiation de la fracture a lieu principalement à la surface.
- La fatigue à grand nombre de cycles : de 10^4 à 10^{6-7} cycles. Amorçage de la fissure à la surface et sous la surface.
- La fatigue à très grand nombre de cycles : 10^7 cycles et plus. Initiation sur des inhomogénéités internes.

1.2.4.3. Impact de la contrainte moyenne

Un essai de fatigue réalisé en traction alternée (contrainte moyenne nulle) ou en traction-traction (contrainte moyenne >0) ne donnera pas les mêmes performances en fatigue. Pour rendre compte de l'effet de cette contrainte moyenne, on introduit le rapport de charge $R = \sigma_{min}/\sigma_{max}$. Ce rapport peut être compris entre -1 (alternance traction-compression) et 1 (test de traction simple). L'évolution de la contrainte pour deux essais réalisés à des ratios R différents

est schématisé Figure I-48 a). Selon la contrainte employée pour tracer la courbe de Wöhler (maximale ou amplitude), celle-ci va augmenter avec R, ou diminuer, respectivement.

Pour rendre compte des rapports entre l'amplitude de contrainte et la contrainte moyenne, on peut utiliser un diagramme de Haigh (Figure I-48 b)). Comme la réalisation d'un diagramme de Haigh complet est un processus expérimental fastidieux, plusieurs lois empiriques permettent de retrouver la région d'endurance d'une pièce pour toutes les valeurs d'amplitude de contrainte ou de contrainte moyenne, en connaissant sa limite d'endurance Σ_e à N cycles pour R=-1, ainsi que sa limite à rupture Σ_u ou sa limite élastique Σ_y [164] . C'est notamment le cas des courbes de Gerber, Goodman ou Soderberg (Figure I-48 b)).

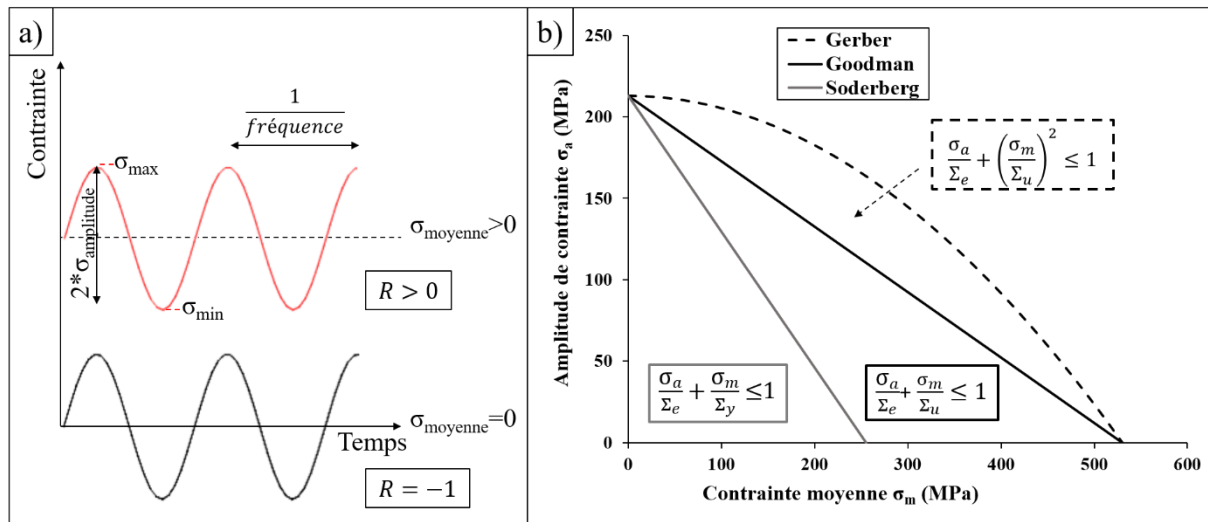


Figure I-48 :Diagramme de Haigh avec représentation des lois empiriques de Gerber, Goodman et Soderberg pour un acier 316L de limite d'endurance 213MPa à $2 \cdot 10^6$ cycles à R=-1 [165], $\Sigma_y=255$ MPa, $\Sigma_u=530$ MPa pour un 316L revenu [166]

Pour des limites d'endurance à plus grand nombre de cycle, la valeur de Σ_e diminue, donc les courbes empiriques s'abaissent, en gardant la même abscisse maximale. Différents critères de fatigue tentent de représenter la limite d'endurance d'un matériau donné (microstructure, état de surface et défauts fixés) en fonction du mode de chargement [167,168].

1.2.4.4. Les différents stades en fatigue

La rupture par fatigue d'une pièce se déroule en 3 étapes [166] (Figure I-49):

- Amorçage (Stade I, fissure en mode II): Apparition d'une fissure courte (dimensions inférieure à celle de quelques grains) dans la matrice, par accumulation localisée de glissements irréversibles dans la maille cristalline, généralement alignés dans les plans de cisaillement les plus favorables de la maille. À grand nombre de cycles, l'amorçage constitue la plus grande partie de la durée de vie de la pièce (plus de 80% pour un 316L issu de la métallurgie des poudres d'après Falkowska [169]). Dans les alliages commerciaux, l'amorçage a souvent lieu dans une zone de concentration de contraintes: pore, inclusion, joint de grain, joint de macle, etc...

- Propagation (Stade II, fissure en mode I): Propagation de la fissure longue perpendiculairement au sens de sollicitation. Cette étape se déroule sur la majeure partie de la longueur totale de la fissure. Pendant la phase de propagation, le caractère cyclique de la sollicitation peut faire apparaître des marques perpendiculaires à la direction de propagation de la fissure, appelées striations.
- Rupture (Stade III) : accélération brutale de la propagation de la fissure jusqu'à rupture totale de la pièce.

Une fois que la fissure commence à se propager, on considère que l'avancée de la fissuration est régie par la valeur du facteur d'intensité de contraintes ΔK en pointe de fissure, qui s'exprime généralement sous la forme:

$$\Delta K [MPa.m^{0.5}] = F * \Delta\sigma\sqrt{\pi a} \quad \text{Eq. I-17}$$

Avec $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$, a la longueur de fissure, F une valeur dépendante de la géométrie de la fissure. Le ΔK_{th} constitue alors la valeur seuil de fissuration pour un a et un $\Delta\sigma$ donnés, en dessous de laquelle une fissure ne se propage pas.

Paris et Erdogan montrèrent en 1963 [170] que la vitesse de propagation de la fissure à chaque cycle du stade II pouvait s'exprimer en fonction de ΔK , telle que :

$$\frac{da}{dN} [m.cycle^{-1}] = C\Delta K^n \quad \text{Eq. I-18}$$

Avec C et n des constantes du matériau.

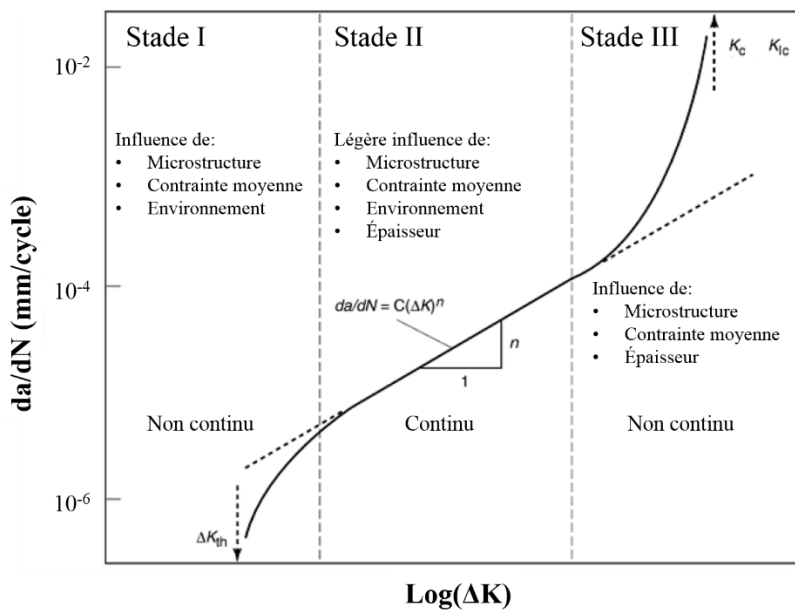


Figure I-49: Évolution de la vitesse de fissuration en fonction du facteur d'intensité de contraintes (Loi de Paris), avec les différents stades de propagation, d'après Tanaka [171]

1.2.4.5. Impact des défauts

Les pièces issues de fabrication additive étant susceptibles de contenir des défauts, il est important d'appréhender leur effet sur la tenue en fatigue.

Pour rendre compte l'impact –ou non- des défauts de petites dimensions, Kitagawa et Takahashi ont proposé un nouveau type de représentation en 1976 [172] mettant en relation la limite de fatigue avec la longueur de fissure dans un diagramme bi-logarithmique. Ils introduisent alors la notion de défaut seuil a_0 , en dessous de laquelle la fissure ne se propage pas. En dessous de ces dimensions, les défauts n'ont pas d'influence sur la tenue en fatigue dans la plage d'endurance (nombre de cycles) considérée (microfissures ou fissures courtes, Figure I-50 a)). Cette notion sera largement reprise dans les travaux de Murakami [173].

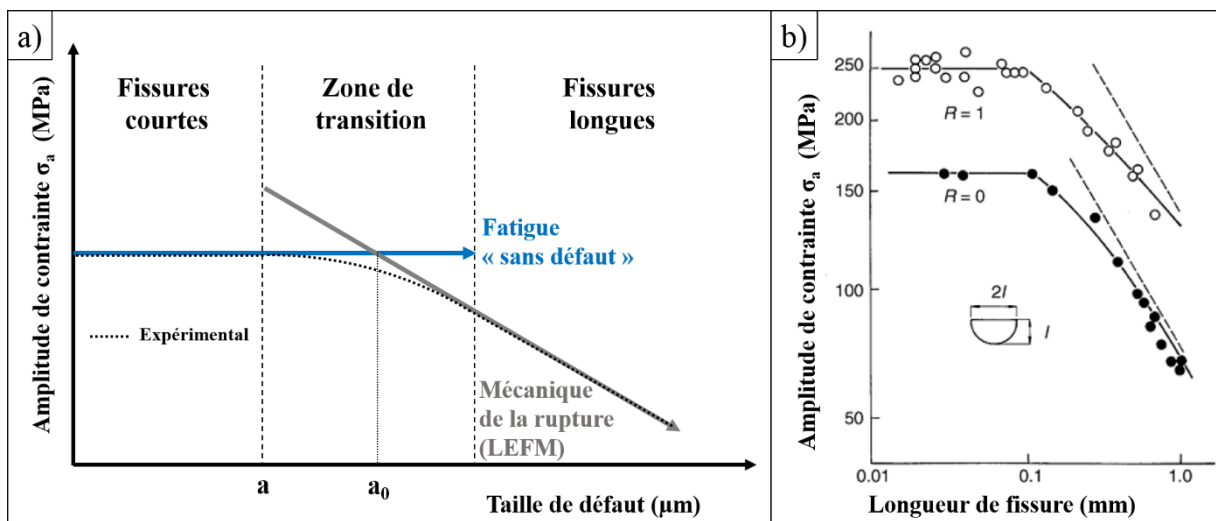


Figure I-50: a) Représentation du diagramme de Kitagawa-Takahashi [172]. b) Données expérimentales de Lukáš et Kunz [174] pour deux valeurs de R

Cette idée implique qu'en l'absence de défauts supérieurs à une taille minimale dépendante de la microstructure et du matériau, la tenue mécanique d'une pièce est identique à celle d'une pièce ne contenant aucun défaut. Ces résultats ont été vérifiés par plusieurs auteurs dont Lukáš et Kunz [174] qui ont mesuré une taille critique indépendante de la contrainte moyenne, correspondant approximativement à la taille de grain de leur acier (0.1 mm en Figure I-50 b)).

Dans le cas d'un acier 316L conventionnel, Guerchais [175] a étudié l'influence de la taille de défauts hémisphériques débouchants usinés par électroérosion sur la tenue en fatigue. Un léger abattement en fatigue a été constaté pour des défauts de 100 μm , et la limite d'endurance en traction alternée ($R = -1$) à 2.10^6 cycles chute de 80 MPa entre des éprouvettes sans défaut et celles présentant un défaut de 500 μm (Figure I-51).

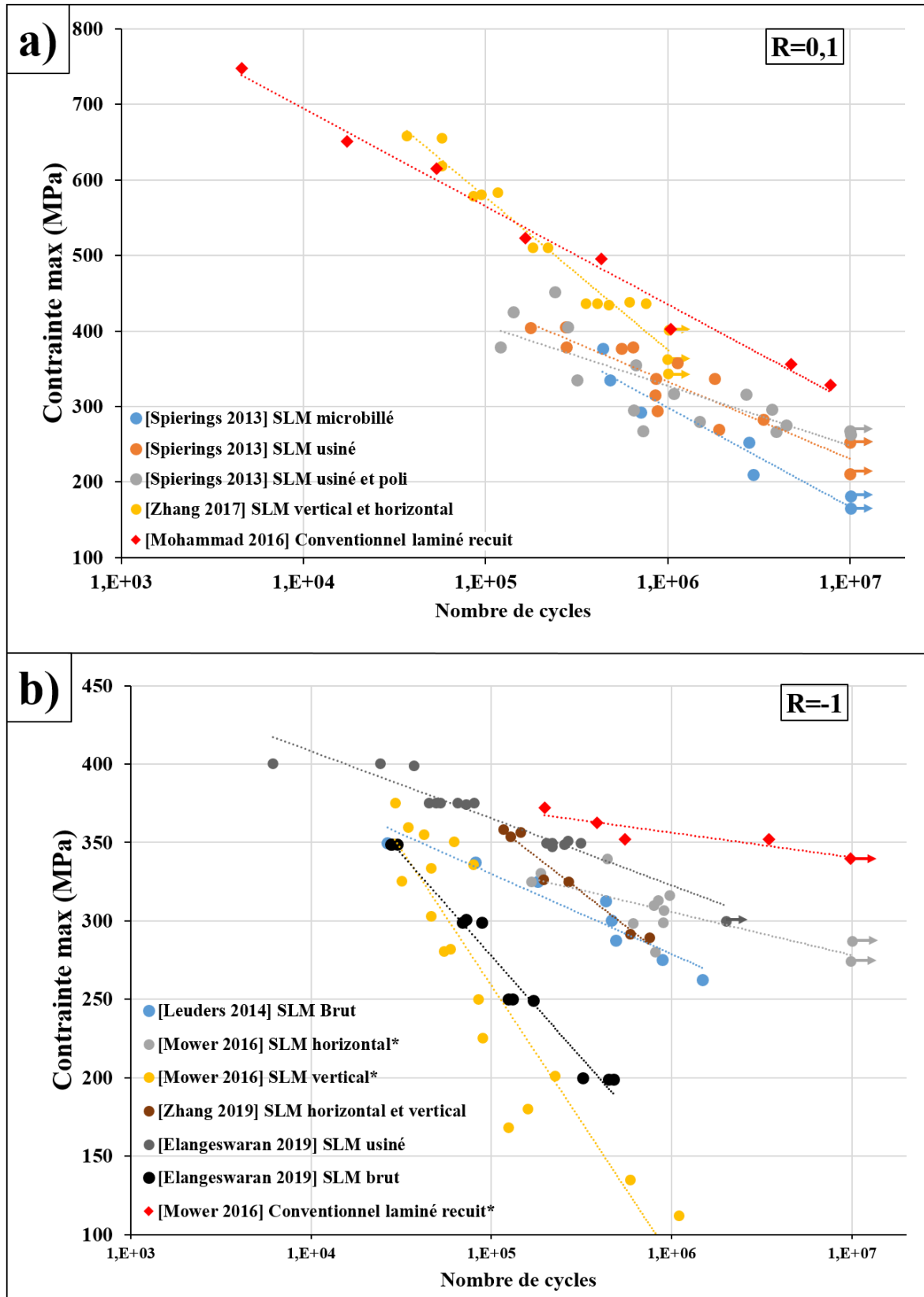


Figure I-52: a) Courbes de Wöhler d'échantillons 316L SLM pour plusieurs états de post-traitement, $R=0.1$ b) Courbes de Wöhler d'échantillons 316L SLM pour plusieurs états de post-traitement, $R=-1$. Comparaison au 316L conventionnel [138,160]. Les références marquées d'une étoile * ont réalisé les essais en flexion rotative. Les points marqués de flèches indiquent l'absence de rupture au nombre de cycle donné.

Globalement, la Figure I-53 montre que de nombreuses données commencent à être publiées sur la tenue en fatigue du 316L SLM. Malheureusement, ces travaux s'arrêtent généralement à la présentation de la courbe de Wöhler et peu d'informations sont données sur l'état métallurgique et la taille des défauts à l'origine des différentes ruptures. La tenue en fatigue des éprouvettes de référence de chaque étude de la littérature apparaît directement reliée aux conditions de fabrication, qui dépendent fortement des machines et du perfectionnement des paramétrages. La tendance globale montre les meilleures tenues de fatigue obtenues pour les études les plus récentes [178]. Il est donc difficile d'estimer, via ces travaux, la sensibilité du 316L SLM à la présence de défauts, problématique au cœur du travail de thèse abordé dans ce mémoire.

1.2.4.6.2. Relation microstructure et défauts

Les post-traitements thermiques peuvent avoir plusieurs intérêts, dont la réduction des contraintes résiduelles, et l'élimination des porosités internes (avec un traitement HIP). Leuders, dans deux études conjointes [120,179], a noté une faible influence des traitements thermiques visant à relaxer les contraintes résiduelles sur la limite d'endurance du 316L SLM (Figure I-53 a) ou sur celle du Ti6Al4V (Figure I-53 b)). En revanche, de grandes différences ont été observées entre les deux alliages après traitement HIP. Notons que dans l'étude présentée Figure I-53, le HIP a été appliqué après usinage des éprouvettes, et n'a donc pas permis de refermer d'éventuels pores débouchants. Dans ces conditions, le HIP s'avère nocif pour la tenue en dessous de 10^6 cycles du 316L SLM, tandis qu'il permet d'obtenir un gain d'endurance important pour le TiAl6V, la limite d'endurance à 10^6 cycles pour ce matériau passant de 350 à 700 MPa.

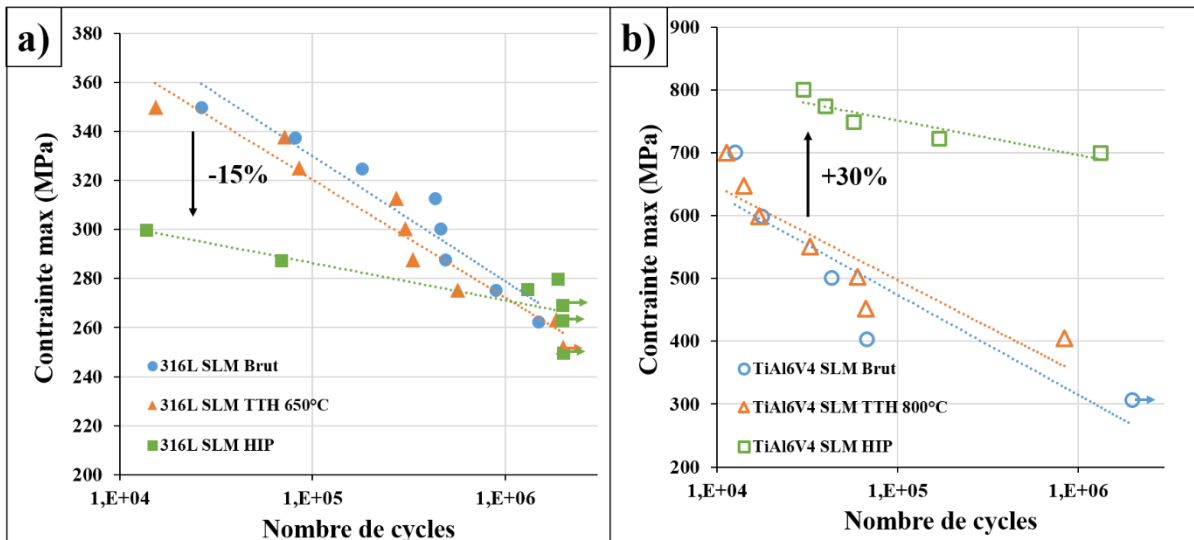


Figure I-53: a) Courbes de Wöhler à $R=-1$ pour du 316L SLM brut, après traitement thermique (650°C) et après HIP b) Courbes de Wöhler à $R=-1$ pour du Ti6Al4V SLM usiné, après traitement thermique (800°C) et après HIP. Adapté de [120,179].

L'un des effets du traitement HIP, en plus de refermer les pores est d'entraîner une recristallisation importante. Pour le 316L, la mosaïcité des grains disparaît, les grains

s'élargissent et des macles apparaissent, en gardant la même phase austénitique CFC. Dans le cas du TiAl6V4, les aiguilles de martensite α' disparaissent pour laisser place à une microstructure principalement constituée de titane α . Le TiAl6V4 brut de SLM est très fragile, à cause de sa phase martensitique. Cette microstructure le rend particulièrement sensible aux défauts, ce qui rend le traitement HIP nécessaire pour obtenir des performances en fatigue similaires à celles du matériau conventionnel [179,180]. À l'inverse, le 316L SLM brut de fabrication étant à l'origine très ductile, le traitement HIP n'apportera quasiment aucune ductilité supplémentaire au matériau. L'intérêt du HIP pour réduire la porosité interne ne permet alors pas de compenser la perte importante en limite d'élasticité qui va piloter la tenue en fatigue à des niveaux de sollicitations élevés.

Leuders estime donc le HIP superflu pour le 316L SLM fabriqué pour des applications nécessitant des performances en fatigue à faible nombre de cycles ($<10^6$). Sa bonne tenue est principalement liée à sa haute limite d'élasticité qui lui évite de se déformer plastiquement, couplée à une ductilité importante qui le rendrait peu sensible aux défauts, même brut de fabrication. L'absence d'apport positif du traitement thermique à 650°C sur la limite d'endurance montrerait également une influence minimale des contraintes résiduelles sur le matériau brut. Le même type de résultat a été observé par Elangeswaran [25] avec une légère baisse de l'endurance du matériau après traitement de relaxation des contraintes à 470°C. Les pentes respectives du matériau brut avant et après HIP (Figure I-53 a)) suggèrent cependant qu'un traitement HIP pourrait s'avérer bénéfique pour la tenue en fatigue à grand nombre de cycles ($>10^7$) du 316L SLM [120,181]. Globalement, le traitement HIP sur les pièces SLM permet d'obtenir des caractéristiques en fatigue s'approchant de celles du matériau laminé.

1.2.4.6.3. Impact de la porosité interne

Zhang, dans ses travaux [36,144], a pu mesurer l'influence du traitement HIP effectué avant l'usinage des éprouvettes, ce qui a donc éliminé les pores en surface. Ses résultats soutiennent également le faible intérêt du HIP à 10^6 cycles et moins, avec une limite de fatigue inférieure à celle de l'état brut optimisé. Outre la confirmation de l'impact négatif important du HIP sur la tenue du matériau, déjà attribuable à la baisse de la limite d'élasticité (voir Figure I-54 a)), Zhang a également mis en évidence la faible sensibilité du matériau aux pores présents dans la matrice. En partant d'une puissance nominale P_0 permettant d'obtenir des pièces de bonne qualité avec une porosité minimale (0.1 %), il a décliné 5 échantillons fabriqués à 0.5 P_0 , 0.7 P_0 , P_0 , 1.3 P_0 et 1.5 P_0 . Il a ensuite mesuré environ 4 % de porosité dans l'échantillon 0.5 P_0 , et environ 0.5 % de porosités dans les autres échantillons, avec une légère augmentation dans l'échantillon 1.5 P_0 qui contenait aussi des fissures (Figure I-54 b)-d)).

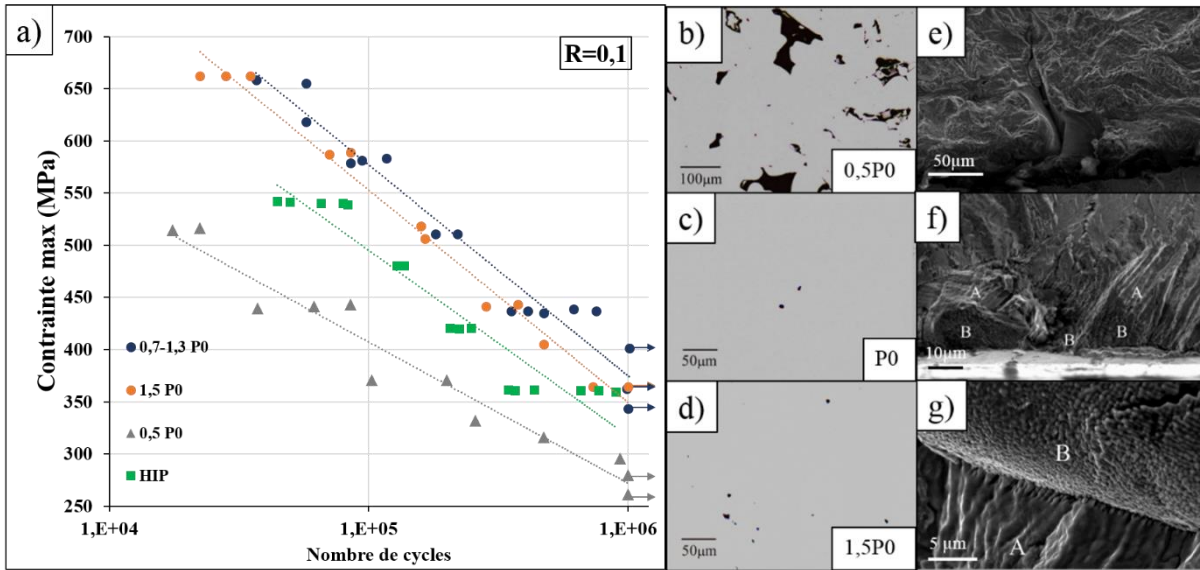


Figure I-54: a) Courbes de Wöhler à R=0.1 pour du 316L SLM brut fabriqué à différentes puissances et comparaison au matériau après HIP b) c) d) Métallographies optiques des échantillons 0.5P0, P0 et 1.5 P0 respectivement e) Observation MEB d'un défaut à l'amorçage dans un échantillon 0.7P0. f) Observation MEB de la zone zones d'amorçage dans un échantillon 1.3 P0 montrant les zones transgranulaires (A) et intergranulaires (B) et g) Observation MEB d'une zone transgranulaire (A) et intergranulaire (B) à plus grand grossissement. Adapté de Zhang [36,144]

Les échantillons avec 0.5 % de porosité ont une tenue en fatigue identique à celle du matériau peu poreux. La présence de fissures dans l'échantillon 1.5 P0, en plus de la porosité, conduit toujours à une tenue très proche, supérieure à celles des échantillons HIP.

Seuls les échantillons fabriqués à 0.5 P0 (4 % porosité) montrent une décroissance notable de la limite d'endurance (Figure I-54 a)), avec des amorçages systématiques sur les nombreux manques de fusion présents dans la matrice. L'amorçage de fissures se fait généralement dans plusieurs zones en bord de pièce contenant des défauts, puis les fissures se regroupent en une fissure principale. Les dimensions de défauts mesurés en tomographie rayons X dépassent 300 μm . Dans de telles conditions de fabrication, l'application d'un HIP avant usinage présente donc un intérêt pour refermer les pores critiques. Pour les échantillons 1.5 P0, l'amorçage a aussi eu lieu sur des pores, de dimensions 40-50 μm , et la propagation a directement commencé en mode transgranulaire. La prépondérance des défauts sur la tenue en fatigue est mise en évidence par les échantillons denses ayant subi un traitement HIP. Bien que ceux-ci ne contiennent plus de pores, leur endurance en fatigue est inférieure aux échantillons bruts.

Les échantillons 0.7 P0, P0 et 1.3 P0 ont tous les trois montré les mêmes performances en fatigue avec les mêmes types d'amorçage. Zhang décrit un amorçage directement à partir de la microstructure, dans un mélange transgranulaire / intergranulaire (Figure I-54 f) et g)), excepté pour un amorçage sur un pore en bord de pièce pour l'un des échantillons 0.7P0 (Figure I-54 e)). Il justifie l'absence de réduction de performance en fatigue par les propriétés en traction légèrement supérieures de l'échantillon 0.7P0, liées à la solidification plus rapide que pour les échantillons fabriqués à plus grandes puissances (P0 et 1.3P0), induisant des tailles de cellules plus fines. Une relation de proportionnalité entre l'énergie de fabrication et la dimensions des cellules a en effet déjà été avancée par d'autres auteurs [126,153]. Du fait des dimensions de grains et de cellules plus réduites, un branchement plus important entre les fissures pourrait avoir réduit la vitesse de propagation, et la part plus importante de sous-joints de grains pourrait avoir freiné la déformation plastique en pointe de fissure. La morphologie arrondie du pore et son orientation pourraient également avoir limité sa nocivité [36].

I.3. Conclusion

Le procédé SLM est une méthode de fabrication additive moderne qui donne la possibilité de créer des pièces aux géométries complexes, ne pouvant pas être produites en utilisant les procédés conventionnels. Une fabrication SLM consiste à empiler des couches de poudre fondues par un laser, le tout dans une atmosphère inertée. L'empilement des couches 2D permet de recréer, strate par strate, un volume 3D.

L'interaction laser-poudre conduit à la formation d'une phase liquide, qui conduit à la formation d'un cordon en solidifiant. C'est alors la juxtaposition et la superposition des cordons qui permet de créer une pièce complète. La morphologie et les dimensions des cordons sont en premier lieu contrôlées par les 3 paramètres primaires du laser : puissance, vitesse de déplacement et diamètre du faisceau, qui peuvent être réunis pour exprimer une densité volumique d'énergie. Une grande densité volumique d'énergie tend à augmenter les dimensions des cordons créés, et peut induire un régime de *keyhole*, où le métal liquide se vaporise en fond de cordon. La détente de la vapeur tend alors à augmenter d'autant plus la profondeur du cordon, et ce type d'instabilité est susceptible de générer des pores. À l'inverse, des densités volumiques d'énergie plus faibles induisent un régime conductif avec des cordons moins larges et peu profonds. Le recouvrement vertical et latéral des cordons est également contrôlé par la hauteur de couche et l'écart vecteur. Un recouvrement insuffisant, et/ou des densités d'énergie volumique trop faibles laissent de la poudre non fondue ou des espaces entre les cordons, autrement appelés manque de fusion.

Les paramètres laser sont généralement adaptés en fonction de la position du cordon dans la pièce, ce qui constitue la stratégie de lasage. Des paramètres plus énergétiques sont appliqués en cœur de pièce qu'aux extrémités et aux zones en contre-dépouille. La rotation des directions de lasage, ou les motifs appliqués sont également importants pour limiter les échauffements localisés dans la pièce.

Le 316L est un alliage fortement étudié en SLM, de par la versatilité de ses utilisations dans l'industrie et ses bonnes propriétés mécaniques (ductilité, résistance à la corrosion). De récentes études tendent à montrer que les propriétés du 316L SLM peuvent être égales voire supérieures à celle de l'alliage mis en forme par des méthodes conventionnelles. Des analyses microstructurales révèlent la présence de nombreux sous joints de grains qui induisent une forte désorientation intragranulaire. La microstructure est constituée de cellules très fines de l'ordre du micromètre, entre lesquelles s'intercale un maillage de dislocations. La combinaison de cette sous-microstructure fine et d'un taux de dislocations important permettent d'obtenir **une limite d'élasticité jusqu'à deux fois plus importante que le 316L mis en forme par des procédés conventionnels, sans diminution notable de l'allongement à rupture ou de la contrainte maximale en traction.**

Les propriétés en fatigue à grand nombre de cycles du 316L SLM restent cependant inférieures à celles du matériau conventionnel (voir Tableau I-9), et les pores liés au procédé SLM sont souvent observés dans la zone d'amorçage de fatigue [182]. L'apport de traitements densifiants tels que le HIP nuit à la tenue en fatigue du matériau, en modifiant fortement sa microstructure qui lui conférait sa haute limite d'élasticité [120], sans augmenter sa ductilité de manière notable.

Les signes d'une tolérance aux pores ont été évoqués par Zhang [144], où la dégradation des paramètres sur des pièces brutes conduisait à des propriétés en fatigue similaires jusqu'à un certain niveau de porosité (voir Tableau I-9). Ces résultats ne font cependant pas de corrélation

entre la taille de défaut avec la tenue en fatigue. La porosité interne est donnée comme descripteur global, alors que la rupture provient généralement d'un unique pore de surface. En l'absence de données quantitatives sur les paramètres SLM, il n'est également pas possible de les relier à la tenue de pièces.

| État | Brut optimal | Brut dégradé | HIP | Brut très dégradé | Conventionnel laminé recuit |
|---------------------------|--------------|--------------|-----|-------------------|-----------------------------|
| Porosité (%) | 0.1 | 0.5 | / | 4 | / |
| Contrainte maximale (MPa) | 375 | 350 | 325 | 275 | 430 |

Tableau I-9: Évolution de la limite de fatigue à 10^6 cycles du 316L SLM à $R=0.1$ en fonction de la porosité et des post-traitements. Adapté de Zhang [36] et Mohammad [160]

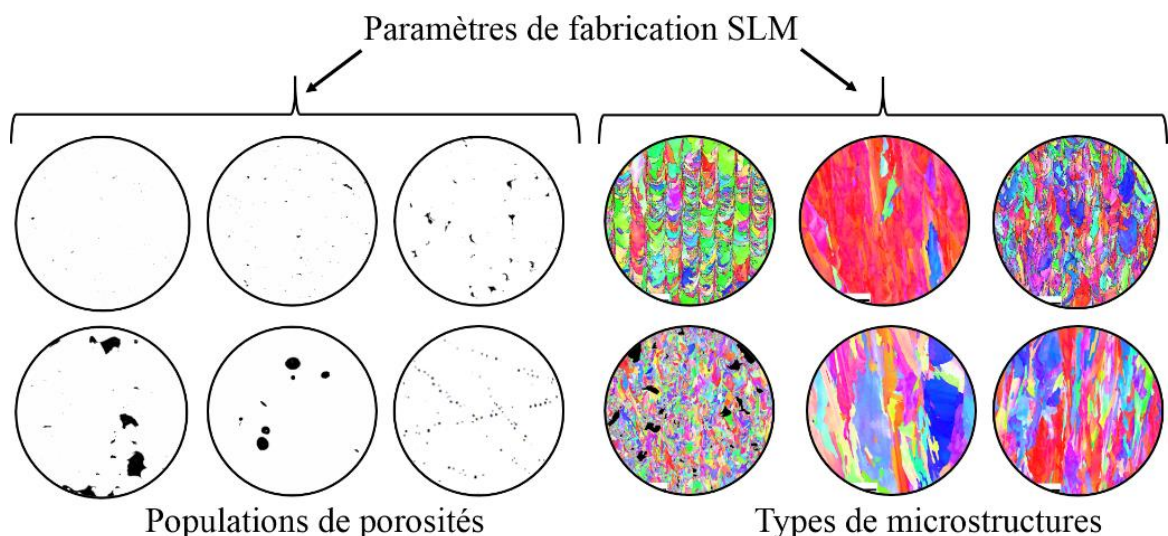
Globalement, **malgré les nombreux travaux publiés dans la littérature en fatigue à grand nombre de cycles, la sensibilité aux défauts du 316L SLM reste encore peu caractérisée.** La santé matière et la microstructure, parfois peu discutées, jouent pourtant un rôle prépondérant dans la tenue des pièces, et peuvent fortement varier entre les machines et les paramétrages de fabrication. Leurs importances relatives sont également peu traitées dans la littérature. Dans ce qui suit, l'un des objectifs de la thèse sera donc d'établir des fenêtres paramétriques SLM précises, permettant de fabriquer des pièces à la microstructure et la population de défauts bien maîtrisées. Ainsi, les contributions de chaque facteur seront isolées, pour parvenir à quantifier précisément la nocivité des défauts sur la tenue en fatigue.

CHAPITRE II : CONTROLE DE LA POROSITE ET DE LA MICROSTRUCTURE

On sait aujourd'hui qu'il est possible d'atteindre des taux de porosité relativement faibles ($< 0.1\%$) sur des pièces de 316L SLM [113]. En revanche, la nature et la forme de cette porosité peuvent varier. Un taux de porosité de 0.5% peut ainsi correspondre à des pores sphériques souvent issues du régime *keyhole*, ou de manques de fusion asymétriques. Ces derniers, s'ils présentent des rayons de courbure locaux faibles, peuvent s'avérer bien plus nocifs lors d'une sollicitation mécanique du fait d'une concentration de contrainte plus importante. De plus, il peut s'agir de quelques défauts de très grande dimension au cœur de l'éprouvette, ou d'une multitude de défauts plus petits répartis à proximité de la surface. En prenant un cas extrême, à volume de porosité égal, la tenue mécanique d'une pièce pourra être bien plus affectée par un unique défaut très irrégulier de plusieurs centaines de micromètres en sous surface, qu'une multitude de défauts submicrométriques sphériques dispersés dans tout le volume de la pièce.

Outre l'irrégularité des défauts, la notion de fissure courte intégrée dans le diagramme de Kitagawa considère la microstructure au cœur de la pièce, puisqu'il est souvent admis qu'une fissure, ou un défaut associé à une fissure, doit être au minimum de l'ordre de grandeur de la microstructure pour prendre le pas sur la tenue mécanique. Contrôler la microstructure paraît donc primordial pour parvenir à quantifier l'impact des défauts. Il convient donc, dans le cas d'un taux de porosité non nul, de savoir qualifier la distribution de taille et le type de porosité, tout en connaissant la taille des grains et la microstructure associée, de manière à anticiper sur la prépondérance –ou non– des défauts sur la tenue mécanique.

Grâce à des méthodes automatisées basées sur des observations 2D, l'évolution de la porosité, ainsi que sa distribution seront tout d'abord décrites puis associées à différents paramètres de fabrication. Un intérêt particulier sera porté sur l'identification des types de pores observés, et leur lien vis-à-vis des paramètres laser. Dans un second temps, l'impact de certains paramètres spécifiques au procédé SLM sur la microstructure et la texture des pièces sera évalué, et associé à une description de la compétition des mécanismes en jeu lors de la solidification.



II.1. Moyens de fabrication

II.1.1. Machine de fabrication additive

La machine utilisée pour fabriquer les échantillons tests est une SLM 125 HL (Figure II-1) de SLM Solutions. Cette machine est ouverte, ce qui permet à l'utilisateur d'agir sur un très grand nombre de paramètres de fabrication, d'abord au niveau du paramétrage laser lié directement à la zone considérée, mais aussi à des paramètres extérieurs, tels que le flux de gaz, le temps de mise en couche, la température de la plateforme de fabrication, etc... La machine SLM 125 HL est notamment équipée d'un laser IPG Yb-YAG (1070 nm de longueur d'onde), d'une tête scanner Varioscan fabriquée par ScanLab, et d'un racleur polymère souple pour étaler la poudre. Ses principales caractéristiques sont résumées Tableau II-1.

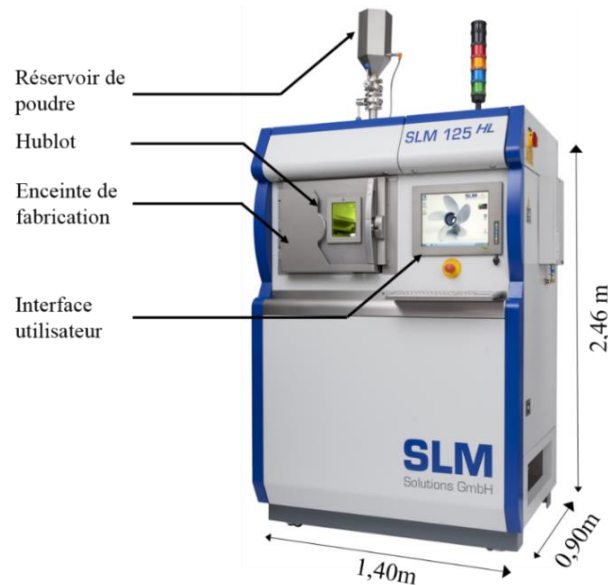


Figure II-1 : Machine SLM 125 HL

| Caractéristique | Valeurs |
|---|-----------------------|
| Volume de construction (mm ³) | 125*125*125 |
| Puissance laser maximale (W) | 400 |
| Couches de poudre (µm) | > 20 |
| Vitesse de balayage (mm.s ⁻¹) | 100-2000 ¹ |
| Diamètre de faisceau (µm) | 73-240 |
| Intervalle de défocalisation (mm) | -8/+8 |
| Chauffage plateforme maximal (°C) | 200 |
| Suppression du gaz d'inertage (mbar) | 12 |

Tableau II-1: Principales caractéristiques de la machine SLM 125 HL.

¹ Maximum théorique de vitesse de déplacement de la tête scanner : 10 000 mm.s⁻¹. L'utilisation d'une vitesse supérieure à 2000 mm.s⁻¹ avec le laser allumé est déconseillée. Source : Support SLM Solutions.

II.1.2. Logiciels d'exploitation

Pour modifier le paramétrage de la machine, l'utilisateur doit interagir à travers deux couches logicielles. La première est le *Build Processor*. Cette surcouche logicielle est directement implémentée dans le logiciel *Magics Materialize* qui permet de placer les pièces sur un plateau virtuel aux mêmes dimensions que celui de la machine, et de générer les supports de fabrication. Le *Build Processor* sert ensuite à paramétrer toutes les variables relatives au laser et au déplacement de la vis sans fin reliée au plateau. Il est donc possible de régler, indépendamment pour chaque pièce:

- La puissance, la vitesse, la défocalisation du faisceau, et l'espace vecteur, indépendamment pour chaque combinaison groupe/type de lasage
- L'*offset* au modèle 3D, à savoir la distance entre le cordon de contour le plus à l'extérieur et le bord du modèle 3D¹
- La stratégie de balayage laser (motif, rotation à chaque couche)
- La présence de groupe/types de lasage additionnels (Nombre de contours, quantité de downskin...)
- La désactivation de groupes/types de lasage (upskin, contour de transition, downskin et remplissage)

Certains autres paramètres sont accessibles, mais ne peuvent être réglés indépendamment entre chaque pièce :

- L'ordre des pièces à laser à chaque nouvelle couche
- L'ordre à appliquer entre la réalisation des différents groupes/types de lasage
- La hauteur de couche

Le *Build Processor* calcule ensuite l'ensemble des trajectoires laser à chaque couche avec les paramètres associés, qui constitue un fichier au format propriétaire (.slm), pouvant être inspecté par un logiciel de visualisation « SLM Viewer ». Ce dernier permet de visualiser et contrôler les paramètres de chaque pièce tels qu'ils seront donnés en consigne à la machine. Le fichier SLM est ensuite importé dans le logiciel *SLM Machine Control Software* (SLM MCS) accessible via l'interface utilisateur de la machine SLM 125 HL (Figure II-2). Ce logiciel permet de contrôler tous les paramètres manquants. Il est notamment possible de régler:

- Le mode de lasage (*delay*, *skywriting* via adaptation des trajectoires des miroirs)
- Le débit de la roue à godets alimentant le racleur toutes les deux couches (une alimentation sert à un aller-retour du racleur)
- La température du plateau de fabrication (200°C maximum)
- La vitesse du racleur
- L'intervalle de temps entre la descente du plateau et le passage du racleur

Le logiciel permet aussi d'accéder et d'enregistrer l'historique de nombreuses variables de la fabrication (temps, niveau d'oxygène, températures...). Au total, plus de 150 paramètres de fabrication peuvent être réglés sur l'ensemble des logiciels de fabrication.

¹ : L'*offset* est identique pour le bord le plus à l'intérieur de la pièce

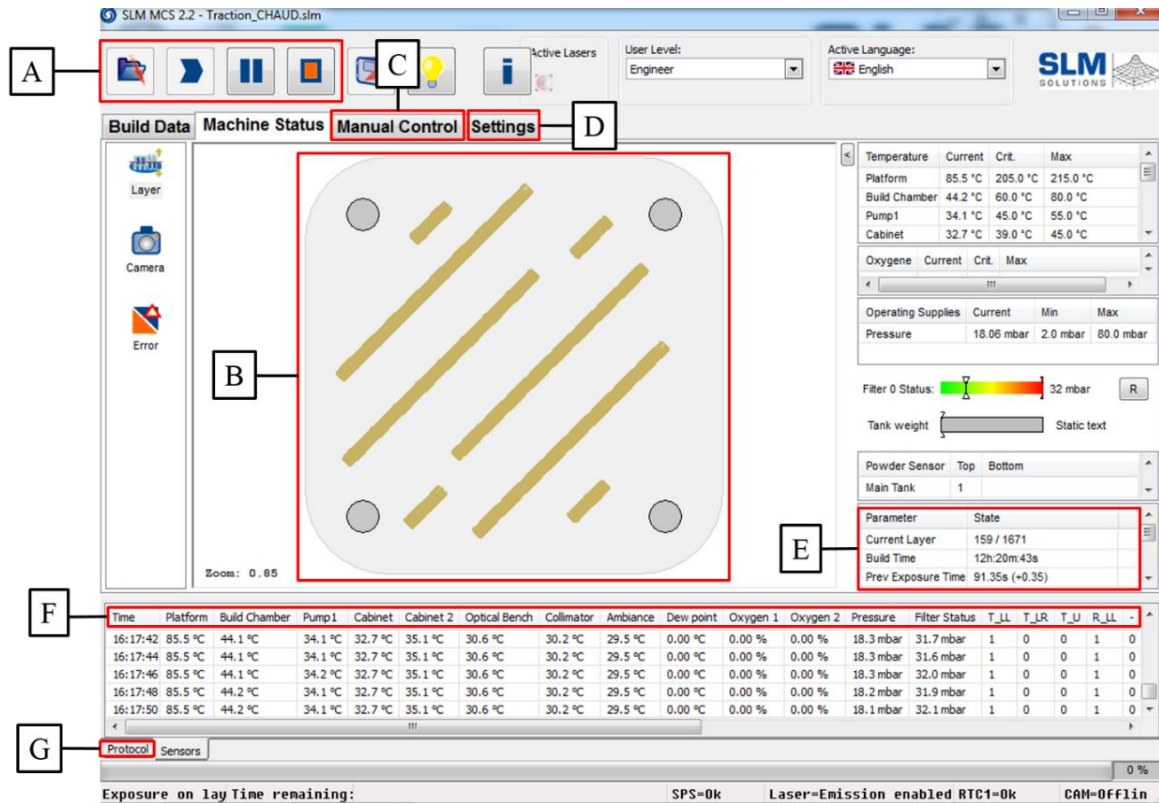


Figure II-2: Interface du logiciel MCS. A : Import du fichier SLM, démarrage, pause et arrêt de la fabrication. B : visualisation du motif de lasage en cours. C : Contrôle manuel de la position du plateau, de la position du reacleur, contrôle du gaz d'inertage et de la plaque chauffante D : Réglage du débit de poudre, du mode de lasage, du temps par couche et de la vitesse du reacleur. E : Variables d'avancée de la fabrication (couche, durée). F : Variables environnementales (Températures, pressions, niveau d'oxygène...). G : Historique du protocole de fabrication.

II.1.3. Poudre d'acier 316L

Le choix de l'acier 316L comme matériau d'études repose sur plusieurs critères. Cet alliage figure parmi les plus documentés en SLM, avec le TiAl6V4, ce qui permet d'affiner et comparer les paramètres de mise en œuvre à ceux de la littérature. La poudre est également moins onéreuse (50€/kg) que les alliages de titane. Enfin, le caractère inoxydable de l'alliage permet de limiter les effets de la corrosion sur les pièces traitées thermiquement, après polissage ou sur les faciès des éprouvettes rompus.

Le même type de poudre d'acier 316L, fournie par SLM Solutions, a été utilisé pour fabriquer la totalité des pièces. Sa composition moyenne est fournie par SLM Solutions (Tableau II-2). On constate la présence d'oxygène et de soufre résiduels, à respectivement 280 et 40 ppm.

| Élément | Fe | C | Si | Mn | P | S | Cr | Ni | Mo | N | O |
|-----------|--------|-------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|-------|
| %massique | 65,642 | 0.018 | 0.61 | 0.89 | 0.008 | 0.004 | 17.7 | 12.7 | 2.31 | 0.09 | 0.028 |

Tableau II-2: Composition de la poudre d'acier 316L fournie par SLM solutions

De l'azote est présent dans l'alliage pour des proportions de l'ordre de 900 ppm. La présence d'azote en dessous de 2000 ppm n'a pas d'impact sur la porosité et augmente la résistance de l'alliage [99]. La distribution de taille montre des diamètres D_{10} , D_{50} , et D_{90} de 16, 28 et 50 μm respectivement (Figure II-3 a)). La poudre est atomisée à l'argon, ce qui lui confère une bonne sphéricité (Figure II-3 b)).

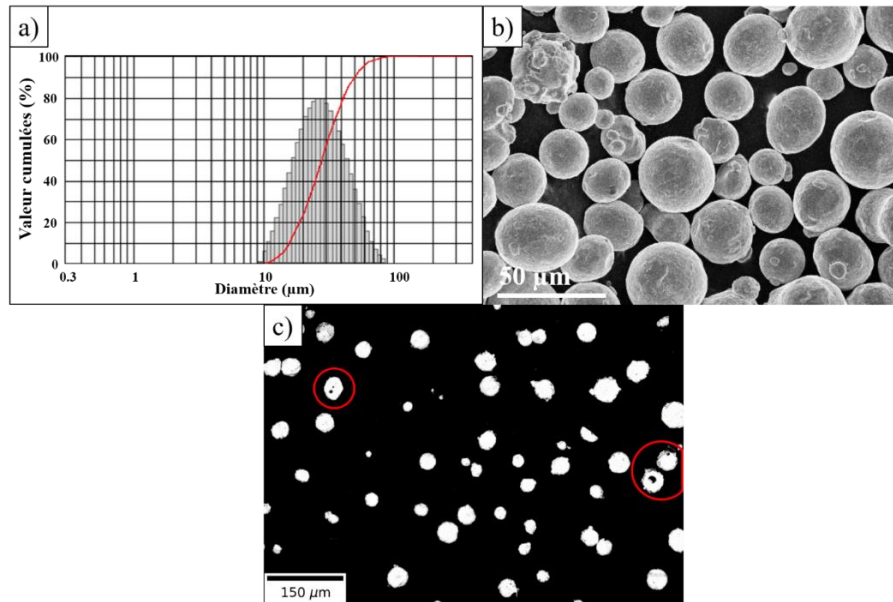


Figure II-3: a) Distribution granulométrique de la poudre b) Visualisation au MEB, d'après [20]. c) Vue en coupe de la poudre, grains poreux entourés en rouge.

Certains grains de poudre, après analyse métallographique, s'avèrent contenir une faible proportion de gaz sous forme de pores dans les grains polis (Figure II-3 c)). Ces grains poreux restent minimes en proportion (<1%). Ces pores internes ont déjà été remarqués [43], et parfois dans de grandes proportions [183]. Il est possible qu'ils contribuent légèrement à la porosité des pièces finales, mais les dimensions des pores qu'ils peuvent induire restent inférieures à celles de défauts usuels du procédé SLM. De plus, la quantité de grains poreux tend à diminuer après recyclage des poudres [43]. Ce type de grains de poudre poreux a un impact plus marqué dans la porosité des fabrications utilisant le procédé EBM [184].

II.2. Caractérisation des échantillons

II.2.1. Observations 2D optiques, EBSD

La mesure du taux de porosité 2D a été réalisée à l'aide d'un microscope optique Zeiss Imager M2m (Annexe V.6.1), équipé d'une caméra Icc5 permettant d'acquérir des images de 2452*2056 pixels, à un grossissement compris entre $\times 25$ et $\times 500$. La résolution à grossissement $\times 100$ est de $0.689 \mu\text{m} \cdot \text{pixel}^{-1}$, ce qui permet de détecter des objets de l'ordre du micron sur une surface d'analyse totale de $2,4 \text{ mm}^2$.

L'analyse microstructurale a été réalisée sur un Microscope Électronique à Balayage (MEB) Philips XL 40 (Annexe V.7.2), opérant à haut niveau de vide ($<10^{-5}$ Pa), avec un filament tungstène réglé à 25 kV et 60 μ A.

II.2.2. Préparation des échantillons

Les échantillons de métallographie ont tous suivi la même gamme de polissage sur une machine Struers, permettant l'observation au microscope optique (voir Annexe V.6.1) et électronique (voir Annexe V.7.2). Les étapes sont décrites Tableau II-3. Vitesse de rotation du plateau abrasif : 300 tours par minute. Vitesse de la tête de polissage : 150 tours/minutes dans le sens opposé. La vitesse de rotation du plateau abrasif a été réduite à 150 tours/minutes à partir de l'utilisation de la pâte diamantée.

| Abrasif | Temps (min) |
|---|------------------|
| 80¹ | 1-2 ² |
| 220¹ | 1-2 ² |
| 400¹ | 1-2 |
| 800 | 2 |
| 1000 | 3 |
| 2400 | 5 |
| 4000 | 5 |
| Diamant 9 μm | 10 |
| Diamant 3 μm | 10 |
| Diamant ¼ μm | 10 |
| OPS (SiO₂) 0.05 μm | 10 |

Tableau II-3: Gammes de polissage subies par les échantillons pour les observations métallographiques

Les attaques chimiques visant à révéler les dimensions et morphologies des cordons de soudure, ainsi que la microstructure ont été principalement réalisées à l'aide d'une solution d'eau régale ou *Aqua Regia* (4 Volumes de HCl pour 3 volumes de HNO₃, dilués dans de l'éthanol ou d'eau distillée) pendant 20 à 120 secondes.

II.2.3. Détection et analyse de la porosité sous Python

Pour analyser les images issues des observations à l'optique, un traitement automatique sous Python a été développé et utilisé. Cette démarche permet de traiter un grand nombre d'images pour obtenir des données statistiques. De plus, ce type de traitement automatique permet d'obtenir les mesures les plus objectives possibles, en s'affranchissant de la subjectivité de l'observateur.

¹ Étape optionnelle, dépendant de l'état de surface d'origine

² Durée pouvant atteindre plusieurs dizaines de minutes pour enlever une couche de matière d'épaisseur significative

Toutes les images issues du microscope optique Zeiss Axio Imager (Annexe V.6.1) ont été acquises avec le même niveau de luminosité, de sorte que les pores (noirs) aient systématiquement le même contraste vis-à-vis de la matrice (blanc). Pour obtenir le taux de porosité d'un cliché, le processus est le suivant :

- Acquisition d'une image source en niveau de gris, typiquement de 0 (noir) à 255 (blanc) en codage 8 bits, soit 256 valeurs possibles par pixel (Figure II-4 a)). L'image se résume alors à une matrice de dimension hauteur*largeur de l'image, chaque case correspondant à une valeur entre 0 et 255.

- Seuillage de l'image : tous les pixels en-dessous d'une même valeur seuil deviennent égaux à 1 (ou *True*), le reste à 0 (*False*) : les pores noirs deviennent des îlots de 1 dans une matrice de 0. (Figure II-4 b)).

- Sommation de tous les éléments de la matrice: on obtient l'aire totale des pores. Le ratio de cette somme par le produit des dimensions de l'image renvoie le taux de porosité. (Figure II-4 c))

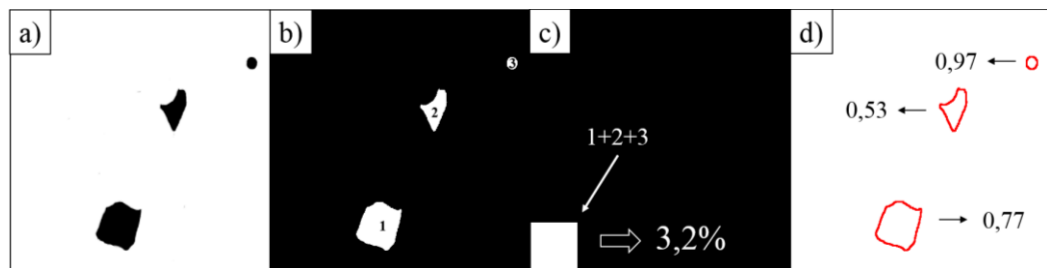


Figure II-4: a) Image brute avec la matrice métallique et les pores en noir b) Image binaire, pores en blanc c) Carré d'aire équivalente à l'aire totale des pores d) Détermination du périmètre de chaque pore et calcul de la circularité.

Le calcul de la circularité est basé sur la formule suivante :

$$C_i = \frac{4 * \pi * Aire}{Périmètre^2} \quad Eq. II-1$$

À partir de l'image binaire:

- Chaque pore est détecté indépendamment, en explorant la connectivité de chaque pixel avec ses huit voisins (connectivité 8 : 4 points cardinaux + 4 points intermédiaires).

- Chaque pore est labélisé par un îlot de chiffres ou nombres identiques (Figure II-4 b))

- Le périmètre de chaque pore est déterminé par le nombre de pixels constituant l'enveloppe la plus petite pouvant le contenir, avec une connectivité 8.

- l'aire de chaque pore est le nombre total de valeurs dans chaque îlot de valeurs identiques

Compte tenu de leurs morphologies différentes, il est possible de différencier la majorité des pores de *keyhole*, qui présentent une circularité plus importante (proche de 1) que les manques de fusion aux formes plus irrégulières. Il est important de noter que les pores de très faibles dimensions (quelques pixels) tendront à avoir une circularité importante du fait de leur grand ratio aire/périmètre, quelle que soit leur origine. Une porosité de 1 pixel, par exemple,

aurait mathématiquement une circularité de 12. Les pores ayant une grande circularité peuvent aussi avoir d'autres origines (humidité, gaz occlus, manque de fusion arrondi). Pour détecter les pores et les classer, les règles suivantes sont appliquées:

- Les pores de moins de 7 pixels en aire sont ignorés, ce qui équivaut à un diamètre équivalent de l'ordre de 1 µm.

- On considère un seuil de circularité des porosités « *keyhole* » à une valeur arbitraire de 0.8, que l'on applique uniquement à partir de 65 J.mm⁻³, seuil au-delà duquel le *keyhole* est observé [20]

- Pour éviter de considérer les fissures comme des manques de fusion, un critère additionnel d'excentricité est appliqué sur les pores détectés. L'excentricité est définie comme :

$$ecc = \sqrt{1 - \frac{b^2}{a^2}} \quad Eq. II-2$$

Avec *a* et *b* les demi grands axes et petit axe de l'ellipse possédant les mêmes moments quadratiques que le défaut binarisé.

Dans le cas où la circularité d'un défaut est inférieure à 0.8, celui-ci est considéré comme un manque de fusion si son excentricité reste inférieure à 0.97 (très allongé). Pour s'affranchir de la variabilité des formes des pores pouvant induire des « faux positifs », il est important de traiter un grand nombre de données pour obtenir des valeurs statistiquement fiables.

II.2.4. Dimensions, formes et position des échantillons sur le plateau de fabrication

Les échantillons dédiés à une analyse paramétrique et une observation métallographique sont des cubes de 15 mm x 15 mm x 15 mm, chacun étant fabriqué avec un lot de paramètres précis. Pour éviter la répercussion de défauts d'un échantillon sur l'autre, les échantillons ne sont pas alignés dans le sens de déplacement du racleur, ou dans l'alignement du flux de gaz (Figure II-5). Tous les échantillons ont la même orientation sur le plateau, et la même face a été polie pour l'observation métallographique.

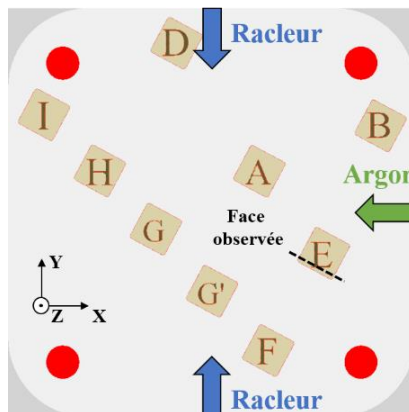


Figure II-5: Visualisation d'un plateau de fabrication contenant des échantillons pour l'étude paramétrique décrite en II.3.1.

II.3. Influence des paramètres SLM sur la distribution de pores

II.3.1. Impact de la densité volumique d'énergie (VED)

II.3.1.1. Paramétrage laser

La série d'échantillons Figure II-5 a été fabriquée dans le but de quantifier l'impact de la densité d'énergie sur l'évolution de la population et du type de pores présents dans les pièces. Les échantillons ont donc été fabriqués jusqu'à des densités d'énergies dix fois supérieures à celles permettant d'obtenir une bonne densification [20]. Les paramètres de chaque échantillon sont résumés Tableau II-4. La puissance a progressivement été augmentée de 50 W à 400 W (maximum machine), puis c'est la vitesse qui a été réduite : de 800 mm.s⁻¹ à 175 mm.s⁻¹.

| Échantillon | Puissance (W) | Vitesse (mm.s ⁻¹) | VED ¹ (J.mm ⁻³) | Épaisseur de couche (µm) |
|---------------------|---------------|-------------------------------|--|--------------------------|
| A-ved | 50 | 800 | 16 | 30 |
| B-ved | 100 | 800 | 32 | 30 |
| C-ved | 200 | 800 | 65 | 30 |
| D-ved | 300 | 800 | 97 | 30 |
| E-ved | 400 | 800 | 130 | 30 |
| F-ved | 400 | 600 | 173 | 30 |
| G-ved | 400 | 400 | 260 | 30 |
| G ² -ved | 400 | 400 | 260 | 60 ² |
| H-ved | 400 | 300 | 346 | 60 ² |
| I-ved | 400 | 175 | 594 | 60 ² |

Tableau II-4 : Paramétrage laser utilisé pour évaluer l'impact de la densité d'énergie

Pour explorer des régimes très énergétiques, les échantillons G¹-ved, H-ved et I-ved ont été fabriqués avec des hauteurs de couche de 60 µm, soit en lasant une couche sur 2. L'échantillon G-ved fabriqué à 260 J.mm³ est une répétition de G¹ en lasant toutes les couches (30 µm), pour quantifier un éventuel effet de la hauteur de couche. Les autres paramètres fixes sont résumés Tableau II-5 .

¹ : Voir Eq. I-9 : $4 \cdot P / \pi d^2 V$, avec P puissance, V vitesse de scan et d diamètre de faisceau (73 µm ici)

² : Passage du laser une couche sur deux en remplissage

| Grandeur | Réglage |
|--|-------------------|
| Écart-vecteur (μm) | 115 |
| Mode | <i>Skywriting</i> |
| Stratégie | Méandres |
| Température plateau ($^{\circ}\text{C}$) | 80 |
| Rotation/couche ($^{\circ}$) | 33 |
| Diamètre faisceau (μm) | 73 |

Tableau II-5 : Paramètres invariables de la fabrication décrite Tableau II-4

II.3.1.2. Évolution de la porosité

II.3.1.2.1. Préparation et classification des pores

À l'issue de la fabrication, tous les échantillons ont été dé-supportés et polis pour observation métallographique. La fabrication de l'échantillon A-ved à faible VED a été stoppée après quelques millimètres en raison du taux important de porosité de l'échantillon induisant des gonflements de la zone lasée et dégradant la qualité de l'étalement de la poudre.

En fonction de leurs caractéristiques, les pores ont été automatiquement classés dans trois catégories définies Tableau II-6, grâce à un traitement automatique effectué sur un minimum de 30 clichés par condition, soit une surface d'analyse de plus de 70 mm². En plus des manques de fusion et des pores sphériques de *keyhole*, la catégorie « Autres » comprend aussi les pores sphériques de faibles dimensions de type soufflure, attribués à la porosité de la poudre ou l'humidité.

| Catégorie | Porosités de <i>keyhole</i> | Autres sphériques | Manque de fusion |
|---|---|---|---|
| VED $\leq 65 \text{ J.mm}^{-3}$ | Aucun | Rayon ≤ 5 pixels Circularité ≥ 0.8 | Tout le reste |
| VED $> 65 \text{ J.mm}^{-3}$ | Rayon $5 > \text{pixels}$ Circularité ≥ 0.8 | Rayon ≤ 5 pixels Circularité ≥ 0.8 | Circularité < 0.8 Excentricité ≤ 0.97 |

Tableau II-6 : Critères d'attribution automatique des catégories de pores

II.3.1.2.2. Fissuration

Des fissures sont apparues à partir de VED = 97 J.mm⁻³, et ont nécessité l'utilisation d'une limite en excentricité pour être différenciées des manques de fusion. Ces fissures ont été mesurées sur la totalité des coupes métallographiques puis sommées pour rendre compte d'une densité surfacique de fissure. La Figure II-6 a) montre que la densité surfacique de fissures augmente de trois ordres de grandeurs entre les échantillons fabriqués à faible et grande VED. Ces fissures sont globalement alignées dans le sens de fabrication (Figure II-6 b)), qui est aussi généralement le sens de croissance des grains en SLM. Une analyse EBSD (Figure II-6 c)) a notamment révélé que ces fissures sont intergranulaires. Par ailleurs, le fait qu'elles apparaissent à haute VED indique qu'il s'agit sans doute de fissures apparues à la solidification, sans doute favorisées par des contraintes thermiques élevées. Li [185] avait en effet mesuré des gradients de températures plus élevés pour des vitesses plus basses et/ou des puissances plus

élevées. La ségrégation du Cr et du Mo dans les espaces intercellulaires lors de la solidification, a pu contribuer à créer des films liquides résiduels aux joints de grains, dont le déchirement lorsque ces derniers se sont retrouvés isolés du front de solidification a entraîné la fissuration [186]. Le mode de fissuration du 316L est cependant complexe, et certains auteurs ont mis en évidence sur 316L le phénomène de *ductility dip cracking* associé à une chute brutale de ductilité à l'état solide à l'origine des fissures apparues dans les zones ségréguées [187].

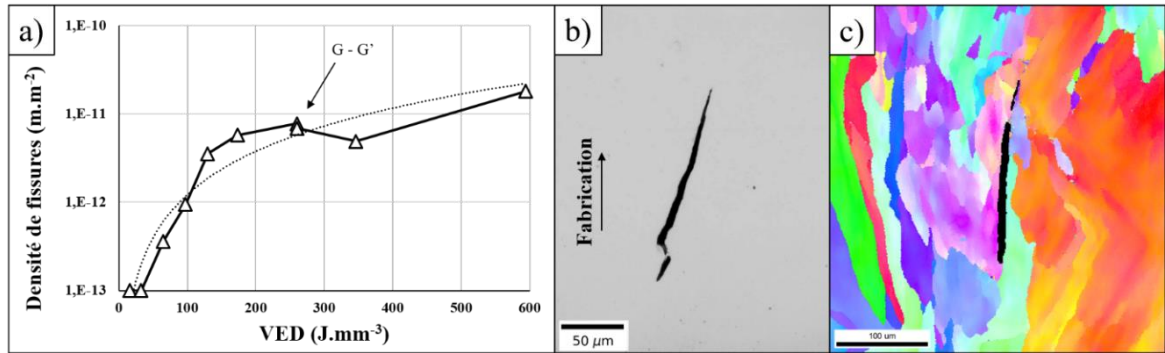


Figure II-6 : a) Évolution de la densité de fissures avec le VED. Fissure intergranulaire dans l'échantillon F-ved a) observée à l'optique (x500) c) au microscope électronique en EBSD

II.3.1.2.3. Analyse des porosités

La Figure II-7 présente des coupes métallographiques analysées en appliquant les critères décrits Tableau II-6. Ces coupes révèlent des taux de porosité importants pour les échantillons fabriqués en dessous de la densité volumique d'énergie seuil ($\sim 50\text{-}60 \text{ J.mm}^{-3}$) mesurée par Gunenthiram [20]. On retrouve en effet des porosités totales moyennes de 61,5 % pour l'échantillon A-ved, et 7,2 % pour l'échantillon B-ved, principalement issues de manques de fusion (Figure II-7 a) et b)).

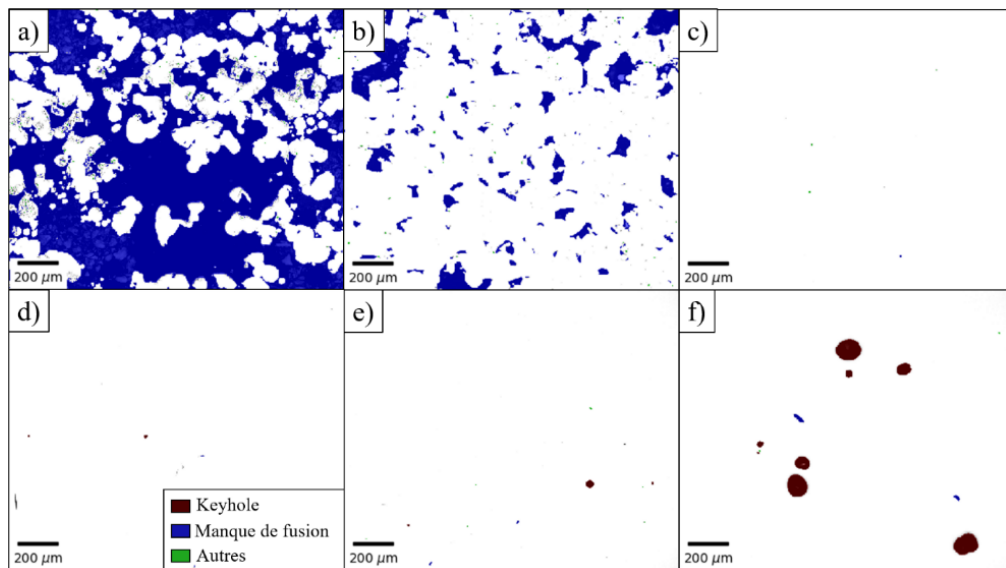


Figure II-7 : Illustration de coupes métallographiques et types de pores identifiés à VED croissant. a) Échantillon A-ved b) Échantillon B-ved c) Échantillon C-ved d) Échantillon E-ved e) Échantillon G-ved f) Échantillon I-ved.

La Figure II-8 représente l'évolution logarithmique du taux des trois types de porosités en fonction de la VED. En considérant le taux de porosité global (somme des 3 courbes), on trouve bien la diminution du taux jusqu'à un minimum obtenu ici pour 97 J.mm^{-3} , puis le taux croît à des plus grandes valeurs de VED, ce qui est cohérent avec les résultats de la littérature pour le même matériau [142].

Tous les échantillons présentent des pores de faibles dimensions. Ceux-ci sont plus nombreux dans les échantillons A-ved et B-ved (Figure II-7 a) et b)) du fait de la grande proportion de manque de fusion, pouvant être faussement détectés comme des petits pores sphériques du fait de leur ratio périmètre/aire élevé. Au-delà de l'échantillon B-ved (32 J.mm^{-3}), la quantité de pores de faibles dimensions se stabilise et reste dans les mêmes proportions faibles jusqu'à 593 J.mm^{-3} (Figure II-7 c)-f) et Figure II-8).

La grande majorité des manques de fusion disparaît pour des VED de 65 J.mm^{-3} . Ces résultats concordent avec le seuil de densification identifié par Gunenthiram [20] pour des couches de $30 \mu\text{m}$.

Les pores de *keyhole* ne sont vraiment dominants qu'à partir de 173 J.mm^{-3} (échantillon E-ved), soit bien au-delà du seuil de *keyhole* 73 J.mm^{-3} déterminé par Gunenthiram sur la même machine [20]. Il est probable que les porosités induites par le *keyhole* ne soient générées que pour des densités d'énergies importantes, avec une grande variabilité et instabilité du bain de fusion. Cette porosité de *keyhole* augmente notablement entre les échantillons H-ved et I-ved, avec l'apparition de pores sphériques de très grandes dimensions (Figure II-7 f)). Une attaque chimique sur les échantillons H-ved et I-ved ont révélé des cordons de 200 et $280 \mu\text{m}$ de profondeur respectivement, pour des largeurs de $150 \mu\text{m}$ environ. Les échantillons G-ved et G'-ved, qui montraient déjà des densités de fissures similaires (Figure II-6 a)), présentent des taux de porosités sensiblement identiques pour les trois types de porosité. La formule de VED utilisée semble être un indicateur pertinent de l'évolution de la porosité, puisque, pour des niveaux de densification importants, le passage de $30 \mu\text{m}$ à $60 \mu\text{m}$ n'a pas d'impact sur le niveau de porosité.

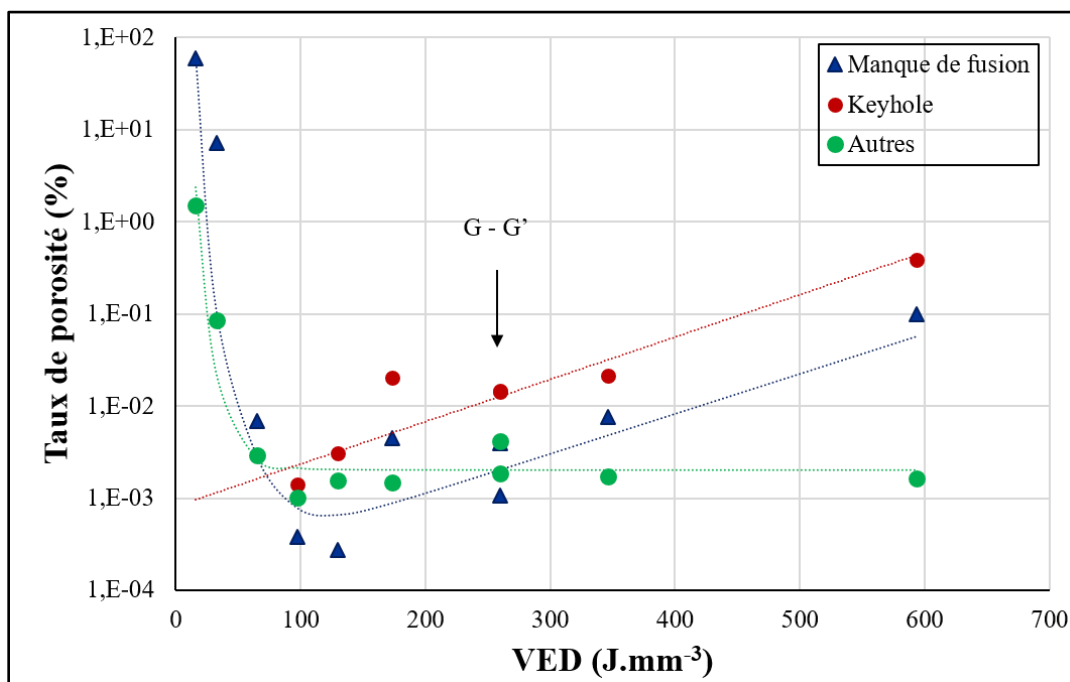


Figure II-8: Évolution des 3 types de porosités en fonction de la densité volumique d'énergie

On constate une ré-augmentation du taux de pores de formes irrégulières à haut niveaux de VED notamment pour l'échantillon I-ved. La fusion complète des zones inter-cordons latérales et verticales étant normalement assurée avant d'atteindre 100 J.mm^{-3} , la détection de pores aux formes irrégulières peut revêtir plusieurs origines, différentes du manque de recouvrement direct des cordons à faible VED :

- La création d'une cavité de grandes dimensions non sphérique en racine de *keyhole* après fermeture du capillaire
- Une occultation du laser par les nanoparticules présentes dans la plume de vapeur fluctuante, réduisant localement l'énergie transmise par le laser au matériau [20]
- Une contamination du lit de poudre par une particule éjectée de grande dimension, pouvant écranter le laser [72,188,189] et n'étant que partiellement fondue dans le processus. Ce type de phénomène a été identifié dans l'échantillon I-ved (Figure II-9 a) et b).

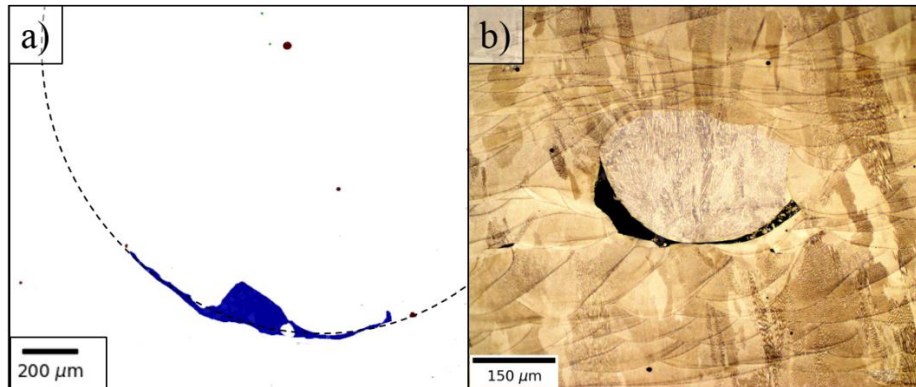


Figure II-9: a) Échantillon I-ved avec identification géométrique des défauts. Manque de fusion caractéristique d'une occultation du laser par une particule redéposée sur la surface de fabrication (pointillés noirs), b) observation d'un éjectat après attaque dans un échantillon similaire

La représentation du seul % de porosité (Figure II-8) ne permet pas de rendre compte des tailles de défauts. Leur taille relative est représentée par les histogrammes de diamètre équivalent Figure II-10, réalisés pour des intervalles de comptage de $5 \mu\text{m}$, en pondérant le comptage par l'aire de chaque défaut. Le diamètre équivalent est le diamètre du cercle de même aire que le défaut. Pour chaque intervalle de comptage, le pic de comptage indique la contribution au taux de porosité totale de l'échantillon. Les maxima en ordonnée sont donc différents d'un échantillon à l'autre, mais la contribution relative de chaque type et taille de pore dans chaque échantillon peut ainsi être visualisée.

Les dimensions des manques de fusion décroissent drastiquement pour une puissance passant de 100 à 200 W (B-ved à C-ved), avec des diamètres équivalents de plusieurs centaines de micromètres dans l'échantillon B-ved (Figure II-10 a)), et seulement 10-30 micromètres dans l'échantillon C-ved (Figure II-10 b)).

Bien que la contribution des pores sphériques de *keyhole* devienne supérieure à celle des autres types de pores à partir d'une VED de 97 J.mm^{-3} , les dimensions des pores de *keyhole* ne dépassent nettement celles des pores de manque de fusion que pour des VED bien plus grandes, équivalentes à celles de l'échantillon H-ved (Figure II-10 c)). Cette tendance pour les pores de *keyhole* se poursuit pour l'échantillon I-ved, avec un pic maximal au-delà de 250

μm . Le pic de manque de fusion observé vers 245 μm correspond au pore attribué à un écrantage du laser par une particule éjectée, observé Figure II-9.

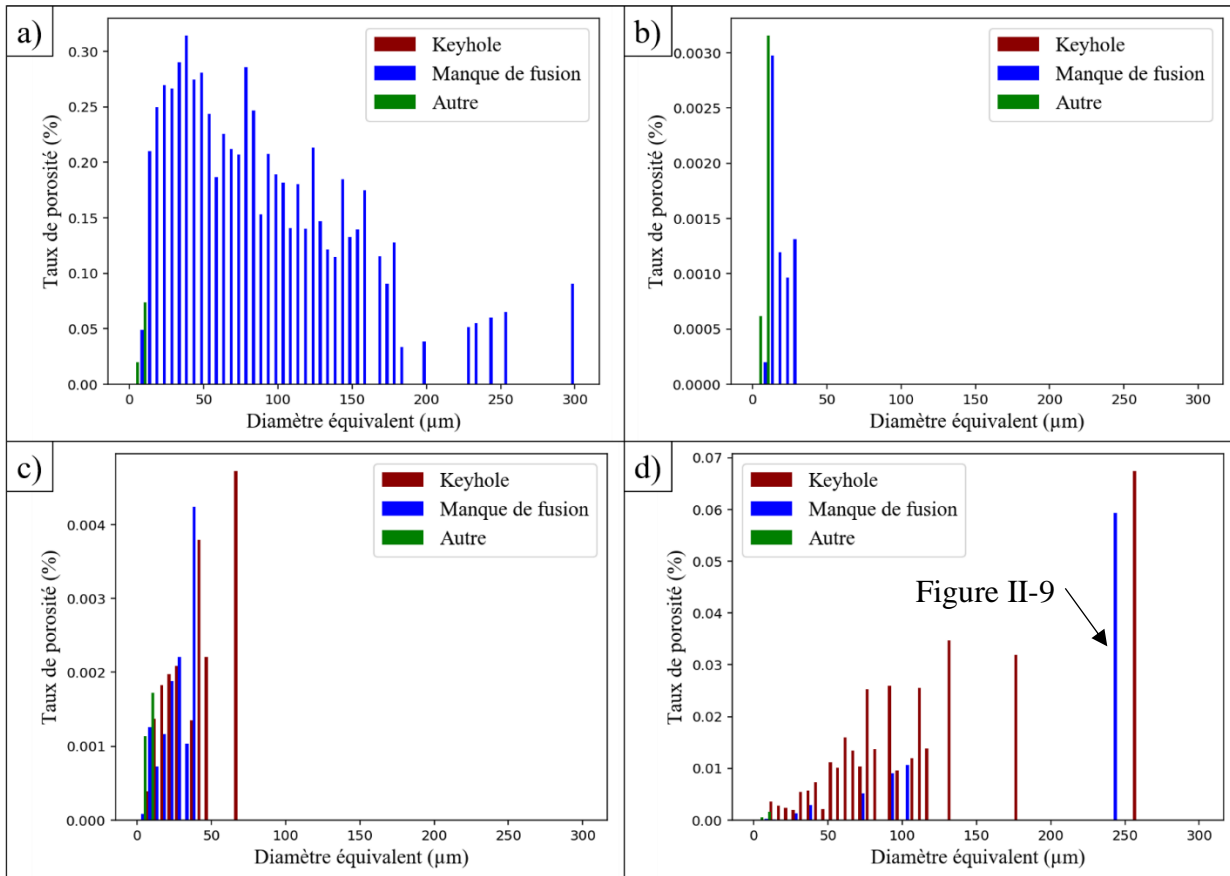


Figure II-10: Histogrammes de dimensions des trois types de défauts détectés pour les échantillons a) B-ved, b) C-ved, c) H-ved et d) I-ved

II.3.1.3. Évolution de la microstructure avec la VED

Pour caractériser l'évolution de la microstructure, des cartographies EBSD d'indices de pôles ont été acquises sur chaque échantillon avec un microscope Philips XL 40 (voir Annexe V.7.2), avec une résolution de $1.5 \mu\text{m} \cdot \text{pixel}^{-1}$ (Figure II-11). Par convention, la direction de référence pour le tracé des cartographies a été prise le long de la trajectoire de l'axe Y (Figure II-5), ce qui correspond à une rotation de l'orientation brute de 30° dans le sens trigonométrique autour de la direction de fabrication.

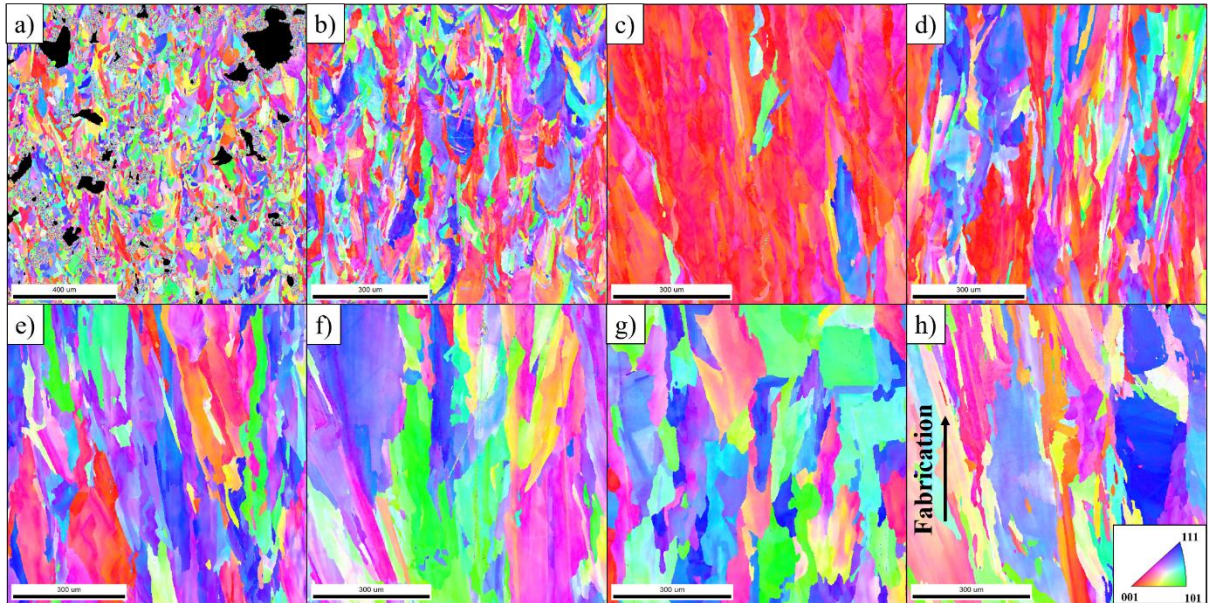


Figure II-11: Figures d'indice de pôle orientées dans la direction du racleur pour l'échantillon a) B-ved, b) C-ved, c) D-ved, d) E-ved, e) F-ved, f) G'-ved, g) H-ved, h) I-ved.

Tous les grains présentent un dégradé de couleur, caractéristique de la forte désorientation cristalline déjà évoquée au chapitre I. La plus faible taille de grains est obtenue pour l'échantillon B-ved fabriqué avec la plus faible énergie. Les grains ont des dimensions inférieures à la centaine de microns, avec une légère élongation dans le sens de fabrication, mais une forme quasi-équiaxe. Il est possible de repérer une disposition des grains en « U » correspondant à la morphologie des cordons pendant la fabrication. Cette microstructure a déjà été observée dans la littérature [146,190]. Une faible prépondérance de l'orientation $\langle 001 \rangle$ parallèlement à la direction Y (rouge) peut être observée. Cette orientation privilégiée s'intensifie dans l'échantillon C-ved (Figure II-11 b)) avec des grains de taille légèrement supérieure (pouvant atteindre $100 \mu\text{m}$), et plusieurs grains disposés en U ou allongés dans le sens de fabrication. L'échantillon D-ved (Figure II-11 c)) montre un pic d'orientation cristalline $\langle 001 \rangle$, avec des grains fortement allongés dans le sens de fabrication, dont la longueur peut dépasser le millimètre. Ces dimensions dépassent largement la hauteur de couche et traduisent une croissance de grain épitaxiée importante. La disposition en « U » disparaît.

À partir de l'échantillon E-ved (Figure II-11 d)), l'orientation privilégiée en $\langle 001 \rangle$ décroît jusqu'à disparaître à partir de l'échantillon G'-ved (Figure II-11 f)). La tendance à l'élongation des grains dans le sens de fabrication s'estompe légèrement de G'-ved à I-ved (Figure II-11 h)), et les grains prennent une forme plus arrondie. Du fait du régime très énergétique dans les échantillons G-ved, G'-ved, H-ved et I-ved, il est possible que la croissance épitaxiée laisse place à une germination hétérogène plus guidée par les importants gradients thermiques. De plus, pour les échantillons fabriqués avec des couches de $60 \mu\text{m}$, la superposition verticale des cordons est réduite, et les conditions aux limites sont modifiées (plus de poudre environnante), ce qui pourrait défavoriser la croissance épitaxiée et réduire l'aspect colonnaire des grains.

La taille de pore moyenne pondérée par l'aire calculée à partir des clichés de métallographie est tracée en fonction de la taille de grains moyenne pondérée par l'aire extraite des clichés EBSD. Seul l'échantillon B-ved présente des défauts de dimensions supérieures à celle des grains. Une influence prépondérante des pores par rapport à celle de la microstructure

dans le comportement mécanique est donc à prévoir. Dans l'échantillon D-ved dense et plus texturé, l'effet inverse pourra être observé, avec une taille moyenne de la microstructure plus de 10 fois supérieure à la dimension moyenne des pores. En effet, pour caractériser l'influence intrinsèque d'une population de défauts sur la tenue mécanique, il convient de pouvoir éliminer ou négliger l'influence de la microstructure entre les divers lots d'échantillons, et s'assurer de caractériser une population homogène de défauts.

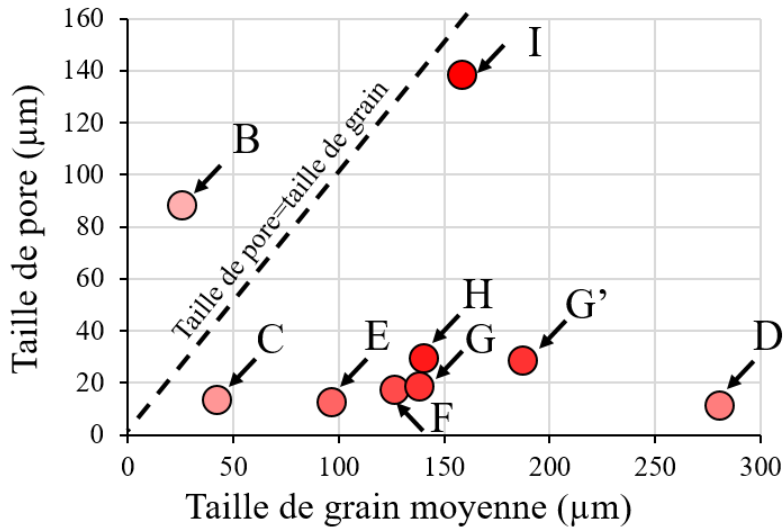


Figure II-12: Taille de défaut moyen en fonction de la taille de grain moyenne pour les échantillons fabriqués à VED variables.

Le taux de porosité est régi par trois populations de pores distinctes : manques de fusion, *keyhole* et microporosités. Les manques de fusion sont caractérisés par un manque de recouvrement des cordons à faible énergie, puis une contamination du lit de poudre ou une occultation du laser à plus haute énergie. Les pores de *keyhole* sont la trace de l'instabilité des cordons obtenus à haute densité d'énergie, et en particulier de phénomènes de fermeture de capillaire. La microstructure et la texture semblent intrinsèquement liées à la morphologie et au niveau de recouvrement des cordons, dont les dimensions dépendent de la VED. Le bilan des analyses de porosité et des études microstructurales est présenté Tableau II-7.

| VED (J.mm ⁻³) | Porosités | | | Microstructure | | |
|------------------------------|----------------|------------------|---------------------------|-----------------|--|---------|
| | <i>Keyhole</i> | Manque de fusion | Autres (petite dimension) | Taille de grain | Morphologie | Texture |
| 16-65 | X | ↘ | ↘ | ↗ | Allongement vertical Disposition en « U » | ↗ |
| 65-130 | ↗ | ↔ | ↔ | ↗ | Allongement vertical ↗ | ↗ |
| 130-593 | ↗↗ | ↗ | ↔ | ↔ | Sphéroïdisation ↗ | ↘ |

Tableau II-7: Récapitulatif des tendances d'évolution de la porosité et de la microstructure à densités d'énergie croissantes

L'utilisation de grandes VED, avec notamment une puissance maximale fixée à 400 W, tend à augmenter la texture et la taille de grains, très variable selon les paramètres, ce qui peut induire une anisotropie importante dans le matériau. Les populations de défauts issues du

keyhole, bien qu'aléatoires, ne sont pas réparties de manière homogène dans le matériau, et n'apparaissent qu'à des densités d'énergie très importantes ($>100 \text{ J.mm}^{-3}$) peu utilisées dans l'industrie. Une étude mécanique sur des pièces fabriquées à VED supérieures à 100 J.mm^{-3} ne semble donc pas judicieuse, car elle pourrait être surtout conditionnée par la variabilité de la texture et de la taille de grain, plutôt que par les pores localisés liés au *keyhole*.

II.3.2. Influence du recouvrement latéral des cordons sur la population de manques de fusion

Lorsqu'un échantillon de 316L est fabriqué à une VED inférieure à 65 J.mm^{-3} , la porosité va tendre à augmenter du fait des manques de fusion entre les cordons. En restant proche du seuil de densification totale, il est possible d'agir sur la distribution de porosité. En agissant sur les paramètres pouvant modifier la morphologie et le recouvrement latéral des cordons, la distribution de taille des manques de fusion sera directement impactée. Trois paramètres, outre la puissance, peuvent agir sur le recouvrement des cordons : la vitesse, l'écart vecteur et le diamètre du faisceau.

II.3.2.1. Optimisation paramétrique

Trois lots d'échantillons ont été fabriqués pour l'étude paramétrique, en variant la vitesse, l'écart vecteur et le diamètre du faisceau par rapport à un échantillon de référence fabriqué à 200W pour une VED de 65 J.mm^{-3} (Tableau II-8).

| Nom | Vitesse (mm.s^{-1}) | Faisceau (μm) | Écart vecteur (μm) | δZ plan focal (mm) |
|----------------|--------------------------------|----------------------------|---------------------------------|----------------------------|
| A-ref | 800 | 70 | 140 | 0 |
| B-def+ | 800 | 90 | 140 | -2,5 |
| C-def+ | 800 | 110 | 140 | -3,7 |
| D-def+ | 800 | 130 | 140 | -4,7 |
| E-def+ | 800 | 150 | 140 | -5,6 |
| F-def+ | 800 | 170 | 140 | -6,5 |
| G-vit | 900 | 70 | 140 | 0 |
| H-vit | 1000 | 70 | 140 | 0 |
| I-vit | 1100 | 70 | 140 | 0 |
| J-vit | 1200 | 70 | 140 | 0 |
| K-vit | 1300 | 70 | 140 | 0 |
| L-hatch | 800 | 70 | 150 | 0 |
| M-hatch | 800 | 70 | 160 | 0 |
| N-hatch | 800 | 70 | 170 | 0 |
| O-hatch | 800 | 70 | 180 | 0 |

Tableau II-8: Paramétrage des échantillons pour étude sur la population de manque de fusion ($P=200 \text{ W}$)

Cet échantillon A de référence a été fabriqué avec des paramètres identiques à l'échantillon C du Tableau II-4, hormis pour l'écart vecteur, fixé à 140 μm et non 115 μm , pour favoriser l'apparition des manques de fusion. La puissance est fixée à 200 W et le reste des paramètres est identique à ceux du Tableau II-5. La défocalisation du faisceau, qui conditionne son diamètre, a été déterminée en fonction de la caustique du laser donnée en Annexe V.3. Dans le cas des échantillons def+, la valeur de défocalisation négative (δZ) correspond à un plan focal du faisceau placé au-dessus du plateau de fabrication. La direction de l'axe Z de la machine SLM est en effet choisie vers le bas par convention.

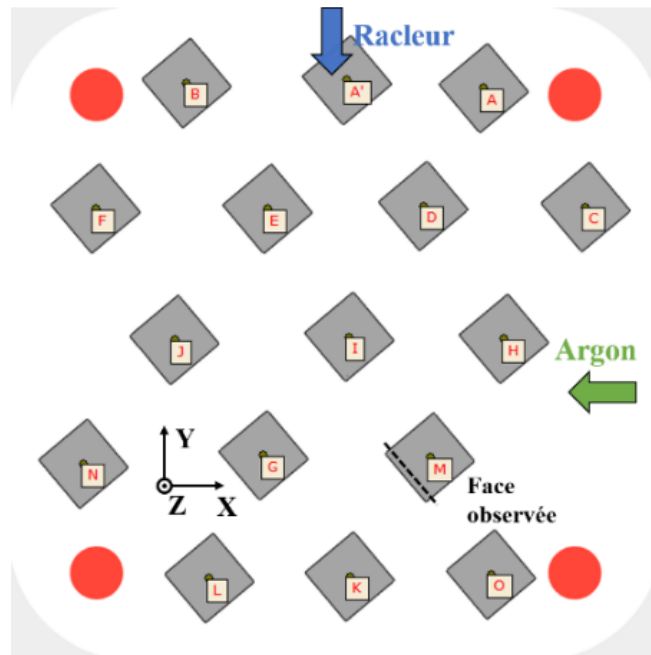


Figure II-13: Disposition et orientation des échantillons A-ref à O-hatch sur le plateau de fabrication

II.3.2.2. Évolution de la porosité

L'augmentation de l'écart-vecteur, du diamètre de faisceau et de la vitesse induit une augmentation du taux de porosité par rapport à l'échantillon A-ref (Figure II-14). De manière inattendue, on constate un effet réduit de l'augmentation du faisceau de 70 à 170 μm en diamètre sur le taux de porosité, malgré une VED passant de 65 $\text{J}.\text{mm}^{-3}$ à environ 11 $\text{J}.\text{mm}^{-3}$ pour l'échantillon F-def+. La comparaison des micrographies obtenues en variant l'écart-vecteur et la vitesse montre deux populations de défauts différentes. On constate, pour un écart vecteur croissant, l'apparition de défauts de grandes dimensions pouvant s'aligner horizontalement sur une couche (échantillon N-hatch). Du fait de la superposition discrétisée des couches et du pas angulaire constant à chaque nouvelle couche, une apparition périodique et alignée de manque de fusions de mêmes formes et positions relatives est en effet logique dans le cas d'un écart vecteur important, avec des cordons de taille régulière. Ceci est notamment observé Figure I-26 avec des manques de fusion alignés horizontalement qui se superposent à chaque couche pour former des lignes verticales, du fait de la stratégie de scan laser unidirectionnelle.

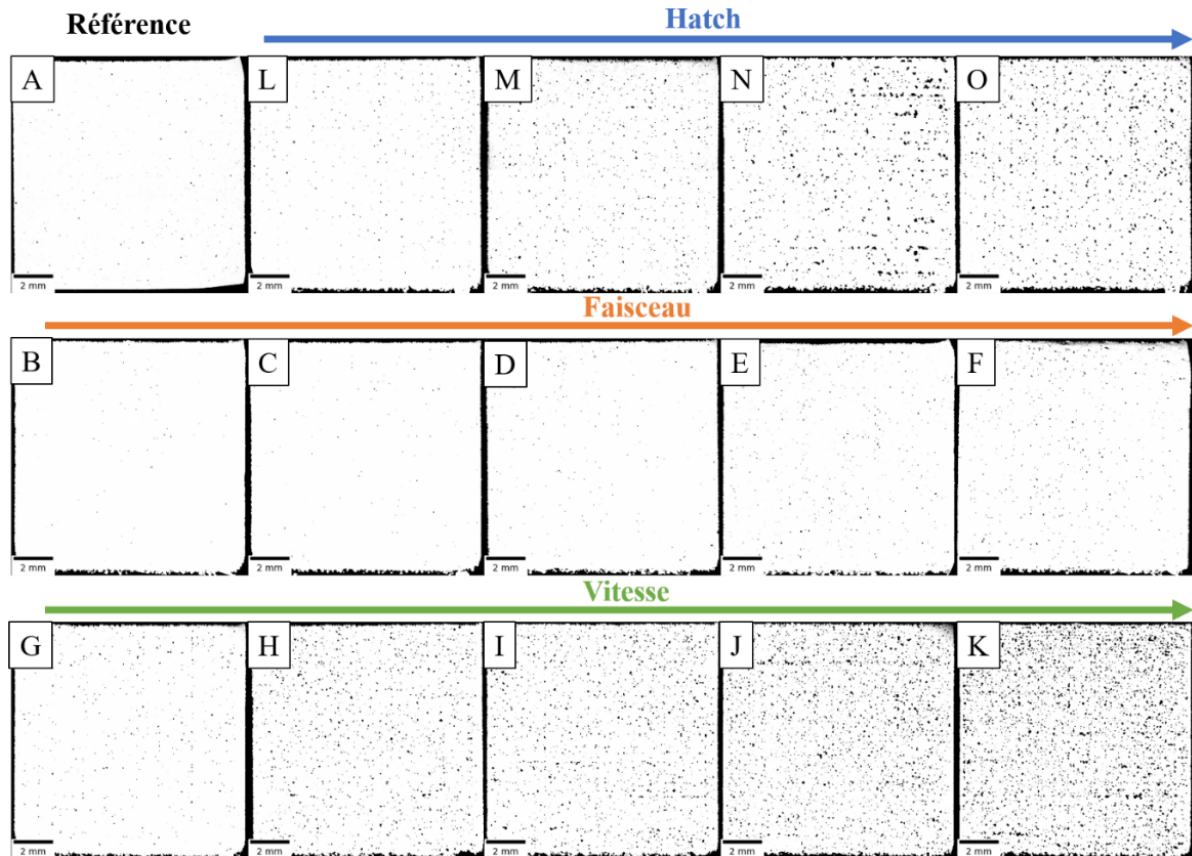


Figure II-14: Micrographies à faible grossissement des échantillons de l'étude

Ceci peut être mis géométriquement en évidence en traçant numériquement un empilement de cordons. Dans le cas d'un pas angulaire de 0° , si le recouvrement latéral des cordons est insuffisant, les pores créés apparaîtront à chaque couche (période 1) entre les cordons pour former des lignes verticales (Figure I-26) de pores alignés horizontalement. Un schéma simplifié utilisant un pas angulaire de 36° , avec une période de 10 couches (Figure II-15 a)), montre l'apparition périodique des lignes de pores. Cette apparition périodique se fait toutes les 5 couches du fait de la symétrie après rotation de 180° .

Dans le cas de l'apparition de pores liés à l'augmentation de la vitesse, la réduction des dimensions des cordons peut aussi faire apparaître le même type de pores de manque de fusion. Toutefois, du fait de l'instabilité de Rayleigh-Plateau, la linéarité le long d'un cordon peut ne pas être conservée. Cet effet permet, du fait de la variabilité des dimensions des cordons, de distribuer pseudo-aléatoirement la taille et la position des manques de fusion (Figure II-15 b)). On constate en effet que les pores de l'échantillon simulé sont moins alignés que la Figure II-15 a) sur le plan vertical et horizontal. Ces pores de position et de taille variable entre les cordons de soudure sont notamment observables dans l'échantillon J Figure II-15 c).

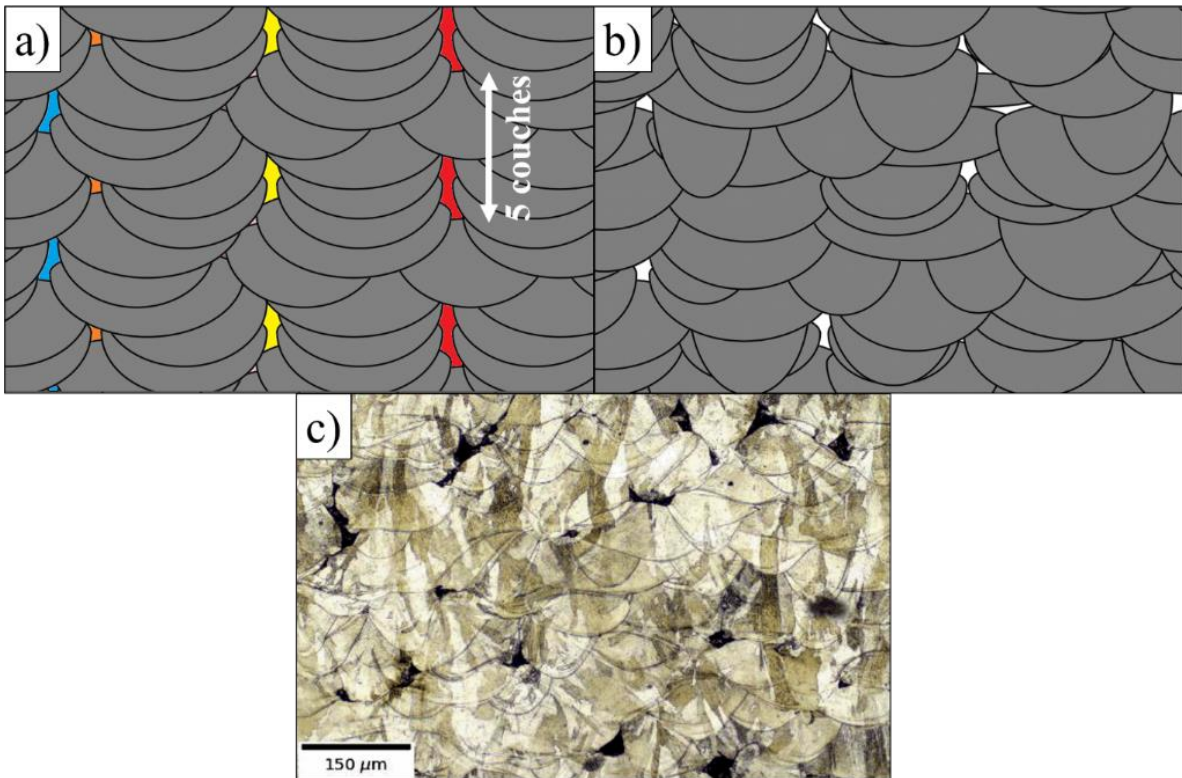


Figure II-15: a) Représentation de la porosité pour un manque de fusion périodique dû à l'écart vecteur b) Pour un manque de recouvrement aléatoire (loi normale) dû à des variabilités dimensionnelles des cordons (instabilité de Plateau-Rayleigh), c) Observation des manques de fusion (pores noirs) dans l'échantillon J après attaque chimique.

La Figure II-16 décrit l'évolution du taux de porosité évalué sur plus de 50 images par type d'échantillon, un nombre de clichés estimé suffisant pour quantifier le taux de porosité (Annexe V.6.2). Le taux de porosité lié à l'augmentation de l'écart-vecteur ne suit pas la même tendance que les autres lots d'échantillons. Du fait de l'apparition périodique de pores de manque de fusion, l'accroissement du taux de porosité est notamment relié à l'accroissement des dimensions de pores déjà existants à des valeurs d'écart-vecteur inférieures. Les pores de manque de fusion peuvent se fusionner sur plusieurs couches et atteindre de grandes dimensions, comme observé pour l'échantillon N (Figure II-14 ou simulé Figure II-15 a).

Dans les lots fabriqués à diamètre de faisceau ou vitesse variables, l'augmentation se fait notamment par l'apparition de nouveaux pores de faibles dimensions. En effet, les échantillons N-hatch et J-vit présentent des taux de porosité de l'ordre de 2%, pour des densités de pores de 18 et 29 mm^{-2} respectivement. Les pores contribuant à la porosité de l'échantillon J-vit sont en moyenne 1.6 fois plus petits en taille. Il est donc possible, en agissant sur l'écart-vecteur ou la vitesse, d'obtenir des taux de porosité identiques avec des distributions de défauts différentes.

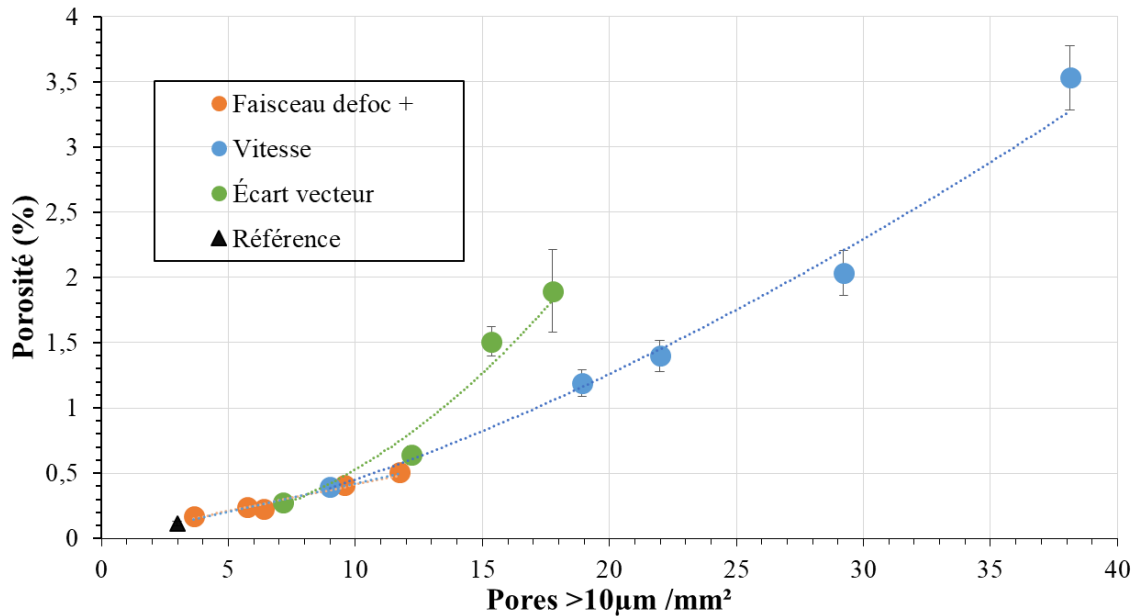


Figure II-16: Relation entre le taux de porosité et le nombre de pores $>10 \mu\text{m}$ par unité de surface pour les trois lots d'échantillons. Les barres d'erreur décrivent les intervalles de confiance à 99% estimés grâce aux coefficients de Student [191].

II.3.2.3. Position du plan focal

La défocalisation du laser, permettant d'accroître le diamètre du faisceau, peut être effectuée en plaçant le plan focal au-dessus (def+) ou en-dessous (def-) du plateau de fabrication. Bien que, selon la caustique du laser, le faisceau conserve le même diamètre pour deux défocalisations opposées, la convergence/divergence du faisceau n'est pas la même (Figure II-17). Sous réserve d'avoir un régime assez énergétique, Metelkova [49] a montré que pour des paramètres laser identiques, il était possible d'obtenir des cordons en *keyhole* lorsque le laser était focalisé 8 mm sous la surface, et en régime conducteur (faible pénétration) pour un laser focalisé 8 mm au-dessus de la surface. Ce résultat est fréquemment observé en soudage laser et s'explique pour partie par la convergence du faisceau dans le cas où celui-ci est focalisé sous la surface, et en partie par la présence d'absorptions parasites du faisceau laser lorsque celui-ci est focalisé au-dessus du plateau.

En plus de l'étude paramétrique précédente, les échantillons B-def+ à F-def+ ont été répétés pour le sens de focalisation opposé, sous le plateau de fabrication (Tableau II-9), en gardant le même diamètre de faisceau d'après la caustique présentée en Annexe V.3.

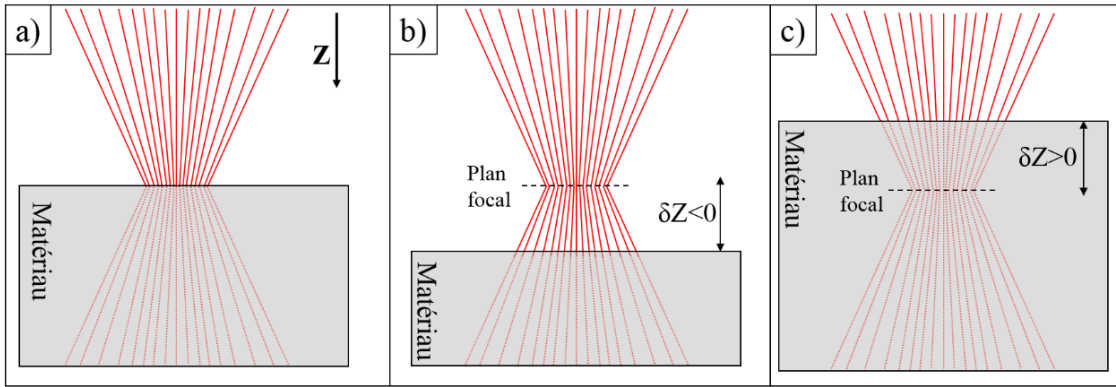


Figure II-17: a) Faisceau focalisé sur le plan de fabrication b) Faisceau focalisé au-dessus du plan de fabrication (def+) c) Faisceau focalisé sous le plan de fabrication (def-)

| Nom | Vitesse (mm.s ⁻¹) | Faisceau (µm) | Hatch (µm) | δZ plan focal (mm) |
|---------------|-------------------------------|---------------|------------|--------------------|
| B-def- | 800 | 90 | 140 | 1,7 |
| C-def- | 800 | 110 | 140 | 3 |
| D-def- | 800 | 130 | 140 | 4 |
| E-def- | 800 | 150 | 140 | 5 |
| F-def- | 800 | 170 | 140 | 5,9 |

Tableau II-9: Échantillons fabriqués avec un diamètre de faisceau identique mais une focalisation sous le plateau

À l'inverse des échantillons « def+ », la porosité des échantillons « def- » fabriqués en focalisant sous le plateau diminue avec le niveau de défocalisation (Figure II-18). Plus le plan focal s'éloigne sous plan de fabrication, plus la porosité diminue. Ces résultats sont contraires à ceux attendus. Les extrema restent cependant compris entre 0.15 et 0.5%, soit bien inférieurs aux porosités obtenues en variant la vitesse ou l'écart-vecteur.

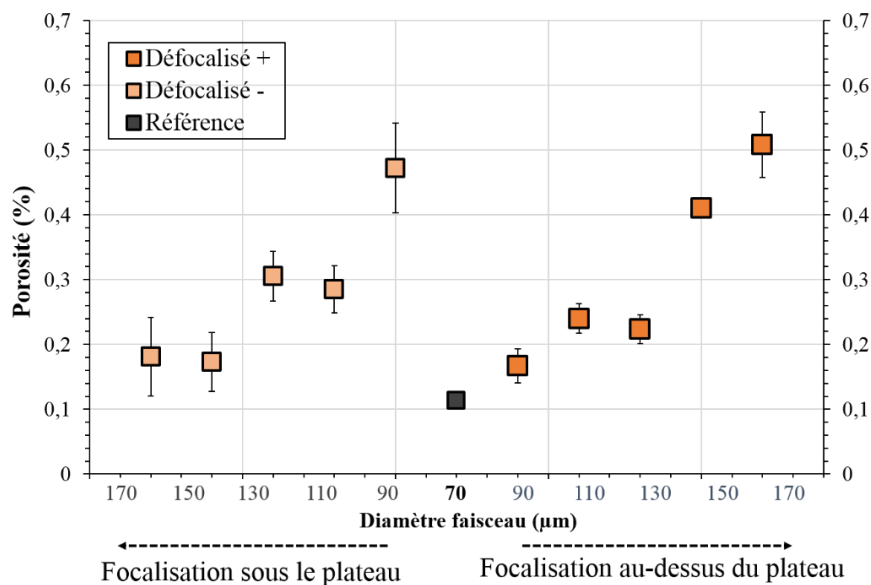


Figure II-18: Évolution du taux de porosité en fonction du diamètre de faisceau et de la position du plan focal

Une tentative d'explication peut être proposée via l'analyse de morphologie des cordons obtenus sur les deux lots d'échantillons. Pour chaque échantillon, un minimum d'une trentaine de cordons ont été mesurés en largeur et en hauteur pour tracer le graphe Figure II-19. Les cordons des échantillons « def - » ont des hauteurs totales largement inférieures à celles des échantillons « def + » (60-75 μm contre 90-130 μm) pour des largeurs globalement équivalentes. Ces résultats sont globalement en accord avec les tendances obtenues par Metelkova [49], mais les dimensions de cordons plus importantes obtenues pour les échantillons fabriqués avec une focalisation au-dessus du plateau (def +) ne permettent pas d'expliquer l'évolution de la porosité.

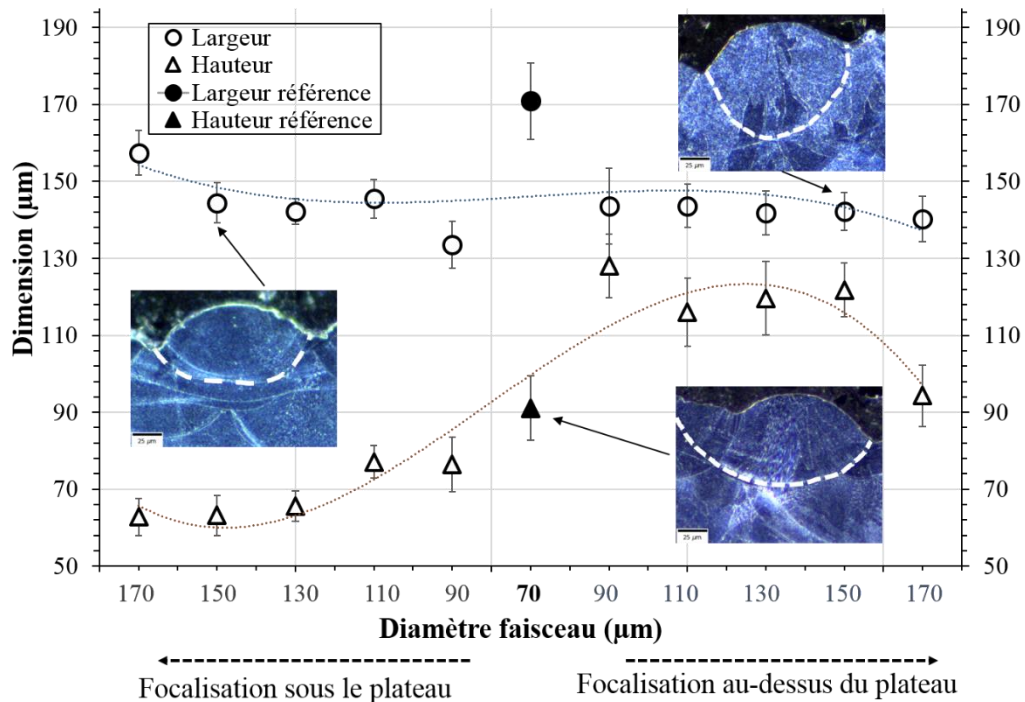


Figure II-19: Évolution des dimensions de cordons pour en fonction du diamètre de faisceau et du sens de défocalisation

Les phénomènes physiques à l'origine de la modification des morphologies de cordon avec le sens de la défocalisation peuvent être multiples :

- L'énergie réellement absorbée par la pièce pour un faisceau focalisé au-dessus du plateau de fabrication peut être réduite en raison de phénomènes de diffusion-absorption accrue du laser par les vapeurs métalliques, même en l'absence notable de *keyhole*.
- La nature et le degré de recyclage du lot de poudre 316L n'étaient pas identiques pour les 2 lots d'échantillons. Une poudre recyclée a été utilisée pour les échantillons du Tableau II-8, tandis que la poudre des échantillons du Tableau II-9 était neuve. Une présence accrue d'oxygène dans la poudre recyclée pourrait avoir induit des convections de Marangoni plus centripètes pour la première fabrication, pouvant accroître la profondeur du cordon.
- Un mauvais suivi de la consigne de défocalisation par la tête scanner de la machine n'est pas à exclure, puisque peu voire aucune évolution nette des dimensions de cordons n'a été observée dès qu'on a imposé une consigne de défocalisation ($D \neq 73 \mu\text{m}$). Cela conduirait à obtenir le même volume fondu pour une VED théorique variable.

II.3.2.4. Évolution de la distribution de taille des pores

Les histogrammes de distributions des diamètres équivalents de tous les pores observés pour chaque type d'échantillon sont représentés Figure II-20. Chaque lot d'échantillon est comparé à la distribution de pores de l'échantillon A-ref. À part pour les échantillons focalisés en-dessous du plateau de fabrication, le diamètre équivalent pondéré moyen (le « pic » de chaque histogramme), ainsi que le diamètre équivalent maximal, augmentent avec la dégradation progressive des paramètres. Cette tendance est identique à l'évolution de la porosité en fonction de la densité surfacique de défauts décrite en Figure II-16. Cette tendance n'était pas vérifiée pour les échantillons « def-» où on constate ici une décroissance du diamètre équivalent et de la hauteur des pics avec le niveau de défocalisation.

Comme observé en section II.3.2.2, les dimensions des plus grands pores (140-210 μm) sont atteintes pour l'échantillon N-hatch Figure II-20 d), possédant l'un des écarts vecteurs les plus importants (170 μm). La distribution des défauts de grandes dimensions dans cet échantillon n'est cependant pas homogène, ce qui est caractérisé par des pics isolés sur l'histogramme.

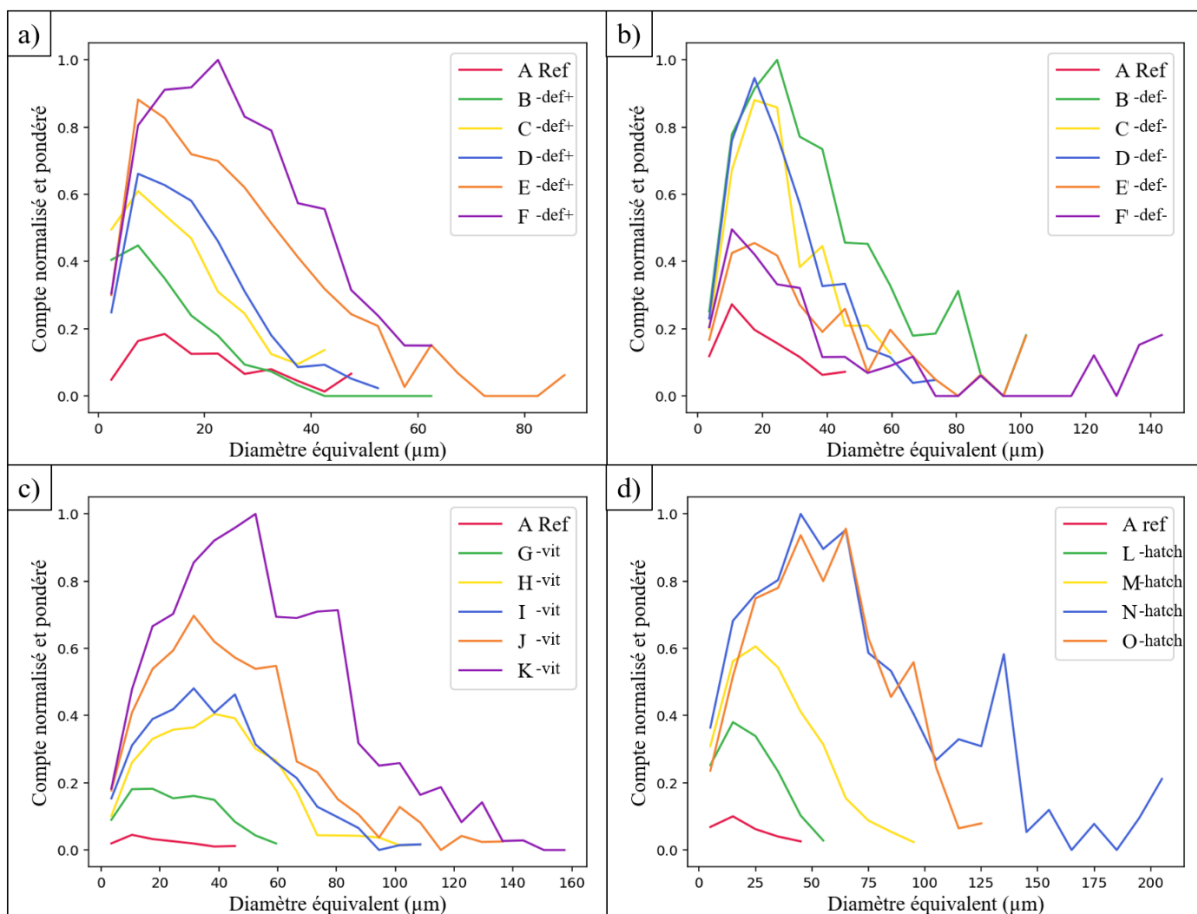


Figure II-20: Histogrammes pondérés du diamètre équivalent des pores pour les 4 sets d'échantillons a) Focalisation au-dessus du plateau de fabrication b) Focalisation sous le plateau c) Variation de la vitesse d) Variation de l'écart-vecteur

La largeur à mi-hauteur des histogrammes des échantillons fabriqués à vitesse variable (Figure II-20 c)), est plus importante que celle des autres lots d'échantillons, dont les

histogrammes sont moins aplatis. Cela traduit une large distribution de taille de pores contribuant à la porosité totale dans le cas des lots fabriqués à vitesse variable. En comparaison, les 3 autres lots d'échantillons ont un pic de comptage plus étroit, atteint dès les premiers intervalles de comptage, notamment pour les échantillons défocalisés Figure II-20 a) et b).

La défocalisation du faisceau ($A_{ref} \rightarrow F-def+$ ou $A_{ref} \rightarrow F-def-$), bien que proche du maximum permissible par la machine SLM dans cette étude (8 mm pour un faisceau de 240 μm) n'induit pas d'augmentation notable des dimensions de pores. De plus, l'influence du sens de défocalisation reste partiellement imprévisible. Agir sur l'écart vecteur (Figure II-20 d) ne permet pas non plus un bon contrôle de la porosité, de par l'apparition discrétisée de pores de grandes dimensions. En revanche, agir sur la vitesse (Figure II-20 c) permet d'obtenir des distributions de tailles de défauts réparties de manière homogène dans les échantillons, avec une large dispersion de taille.

II.3.2.5. Microstructure

La microstructure est représentée Figure II-21 pour un échantillon de chaque lot après analyse EBSD. On y retrouve la forme en « U » liée à la morphologie des cordons observée pour les échantillons à basse VED. Contrairement à l'analyse effectuée pour des VED importantes (Figure II-11), la modification des paramètres de fabrication n'induit que de très légères modifications de la taille de la microstructure. Seul l'échantillon D-def+ présente une part non négligeable de grains de taille supérieure à 100 μm , accompagnée d'une texture plus importante. Le pic de texture, traduisant l'intensité d'une orientation cristallographique donnée, atteint un maximum de 2.5 pour les grains orientés $\langle 101 \rangle$ par rapport à la direction d'observation. L'analyse de la texture des autres échantillons n'a pas révélé de pic de texture supérieur à 2, traduisant une texture peu marquée.

L'analyse de la taille de grain en Figure II-21 f) montre que les échantillons contenant une grande quantité de manque de fusions présentent des grains de dimensions légèrement réduite. Dans l'hypothèse où une partie de la croissance de grains en SLM se fait usuellement par épitaxie grâce au recouvrement des cordons [148,154], une diminution de ce recouvrement induit naturellement une augmentation de la germination hétérogène, accompagnée de grains de plus petite taille. La différence entre les distributions de taille de grains reste cependant minime, et 90% des surfaces analysées dans chaque échantillon présentent des grains entre 10 et 150 μm . Agir sur la défocalisation, l'écart-vecteur ou la vitesse a donc un impact très réduit sur la microstructure, aussi bien sur la taille de grains que sur l'orientation cristallographique privilégiée. Parmi les 3 paramètres étudiés, **la vitesse est donc la variable permettant d'obtenir la distribution de défauts la plus homogène**, tout en gardant une microstructure similaire à celle d'un matériau produit dans des conditions optimisées pour minimiser la porosité.

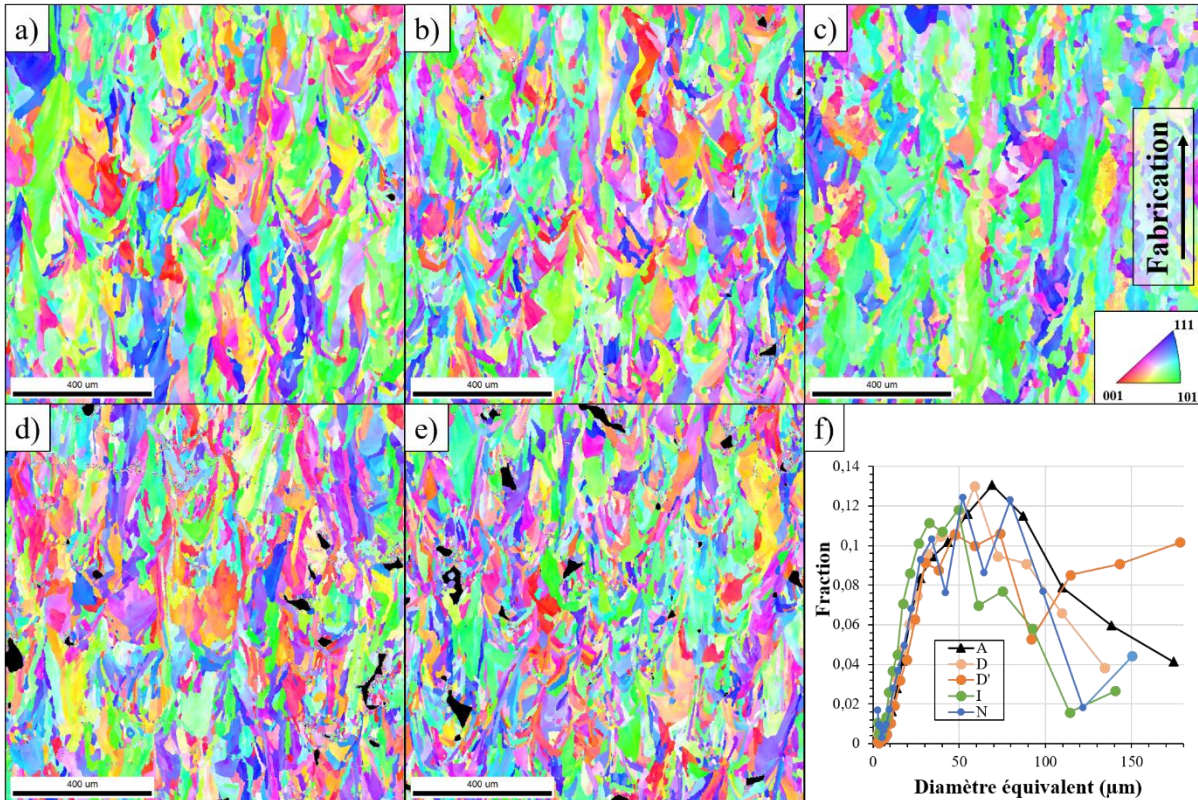


Figure II-21: Cartographie EBSD (Figure d'indice de pôles) de a) L'échantillon A-ref b) Échantillon D-def+ c) Échantillon D-def-, d) Échantillon I-vit, e) Échantillon N-hatch. f) Comparaison des tailles de grains pondérées en aire pour chaque échantillon. Orientation de l'observation de référence prise perpendiculairement au plan d'observation défini en Figure II-13.

II.3.3. Influence de la stratégie de lasage sur la population des pores de *keyhole*

La stratégie de balayage laser peut avoir un effet indirect important sur la population de pores, notamment pour des zones situées aux extrémités de cordons de lasage. Bien que l'utilisation d'une stratégie de remplissage par sections (bandes, échiquier...) soit souvent utilisée pour limiter l'échauffement ou les contraintes résiduelles dans les pièces, celle-ci peut accroître la porosité par rapport à une stratégie en méandres. La multiplication des zones de jonction correspond en effet à une multiplication d'hétérogénéités du régime d'interaction, notamment en mode *delay*, où le laser va accélérer et décélérer à toutes les extrémités de cordons.

II.3.3.1. Fabrication des échantillons

Pour mettre en évidence l'impact des zones de recouvrement sur le taux de porosité, quatre types d'échantillons ont été fabriqués (Tableau II-10). Ces échantillons mesurent 14*17 mm dans le plan XY, pour une hauteur de 15 mm dans la direction de fabrication. L'échantillon Del-10 a été fabriqué en plusieurs exemplaires pour permettre d'effectuer plusieurs observations simultanées dans différents plans d'observation en métallographie. Tout le reste

des paramètres était identique pour les 4 échantillons qui ont été fabriqués dans des conditions permettant une bonne densification de la matière (Tableau II-11) en restant à une VED inférieure à 70 J.mm^{-3} .

| Échantillon | Mode | Stratégie |
|----------------|-------------------|--------------|
| Del-10 | <i>Delay</i> | Bandes 10 mm |
| Sky-10 | <i>Skywriting</i> | Bandes 10 mm |
| Sky-25 | <i>Skywriting</i> | Bandes 25 mm |
| Sky-inf | <i>Skywriting</i> | Méandres |

Tableau II-10: Échantillons fabriqués pour analyse de l'impact de la stratégie de remplissage

| Paramètre | Valeur |
|---|--------|
| Puissance (W) | 200 |
| Écart-vecteur (μm) | 110 |
| Diamètre faisceau (μm) | 73 |
| Hauteur de couche (μm) | 30 |
| Vitesse (mm.s^{-1}) | 800 |

Tableau II-11: Paramètres laser de remplissage ($\text{VED} = 59 \text{ J.mm}^{-3}$). Le reste des paramètres est identique à ceux du Tableau II-4.

Pour limiter la quantité de zones de recouvrement, la longueur maximale des bandes peut être augmentée (Tableau II-10), ce qui accroît la longueur moyenne d'un cordon avant son arrêt (Figure II-22 a) et b)). Une longueur infinie correspond au remplissage en méandres où seule la zone entre le remplissage (orange) et le contour (rouge) est une zone d'arrêt des vecteurs de scan (Figure II-22 c)). Bien que les longueurs aient été fixées à 10 et 25 mm, les distances entre deux zones de rebroussement du faisceau peuvent parfois être légèrement supérieures à la consigne. En effet, une fonction du logiciel de conception SLM fusionne les vecteurs de lasage en remplissage si ceux-ci ont des dimensions trop faibles.

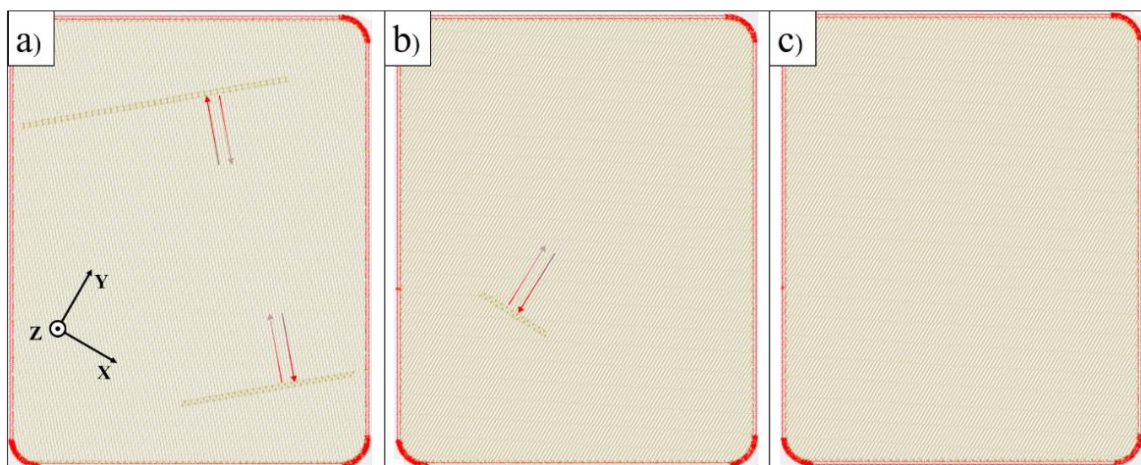


Figure II-22: Stratégie de balayage laser adoptée pour a) Les échantillons Del-10 et Sky-10, b) Sky-25, c) Sky-inf. Les flèches rouges dégradées indiquent les ralentissements et accélérations du laser aux zones de jonction en cœur de pièce dans le cas d'un lasage en mode delay. Toutes les zones à la limite rouge-orange entre le remplissage et le contour sont aussi des zones de jonction.

II.3.3.2. Influence de la stratégie de balayage laser - Analyse de la porosité

Une analyse de la porosité a été effectuée sur 180 mm² dans le plan X-Y de chaque échantillon avec une résolution de 0.689 $\mu\text{m}.\text{pixel}^{-1}$. La porosité de l'échantillon Del-10 (0.42 %) est en moyenne 28 fois supérieure à celle des autres échantillons fabriqués avec le mode *skywriting* (avec vitesse de balayage laser constante) qui reste inférieure à 0.02 % (Figure II-23). Les 0.42 % de porosité obtenus en *mode delay* sont principalement constitués de pores sphériques ou ovoïdes, ce qui indique des pores de *keyhole* apparus dans des zones de transition, où la vitesse locale de balayage était nettement plus faible que les 800 mm.s⁻¹ de consigne. En mode *skywriting*, ce taux de porosité peut avoisiner 0.01% dans le cas d'une pièce réalisée en méandres, sans zones de jonction à cœur. Au final, **le mode *skywriting* semble suffisant pour réduire le taux de porosité dans les conditions de fabrication choisies.**

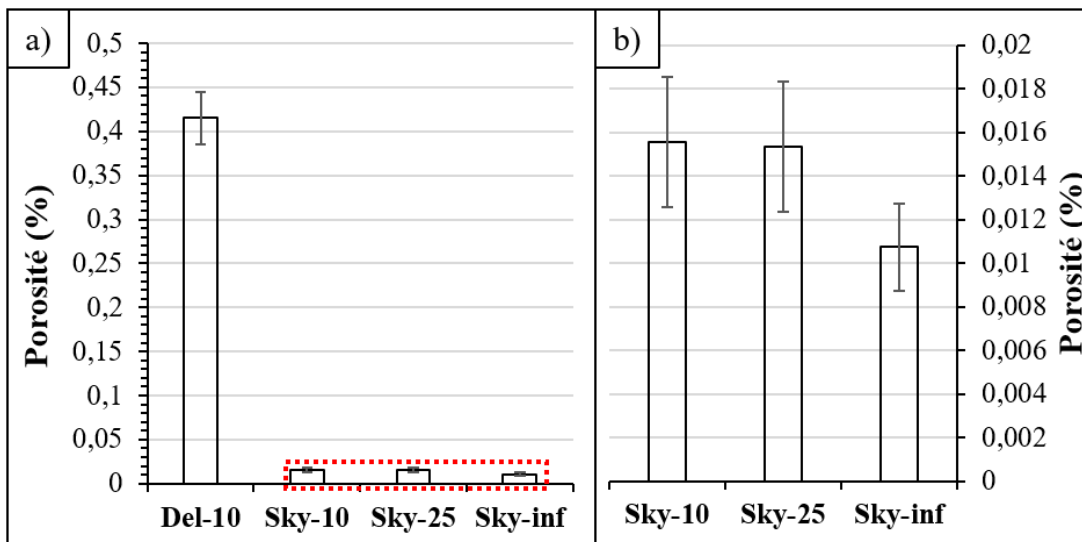


Figure II-23: a) Analyse de la porosité pour les 4 échantillons b) Tracé des valeurs en *skywriting* pour l'encadré rouge en a)

La visualisation des pores à faible grossissement (x 25) révèle leur alignement très marqué en lignes dans l'échantillon Del-10 dans le plan X-Y (Figure II-24 a)). Une porosité plus importante est aussi observable aux 4 bords de l'échantillon en X-Y et aux bords latéraux de l'échantillon observé dans le plan X-Z (Figure II-24 b)). Les échantillons réalisés en *skywriting* ne présentent pas de pores de dimensions suffisantes pour être observables à faible grossissement (Figure II-24 c)).

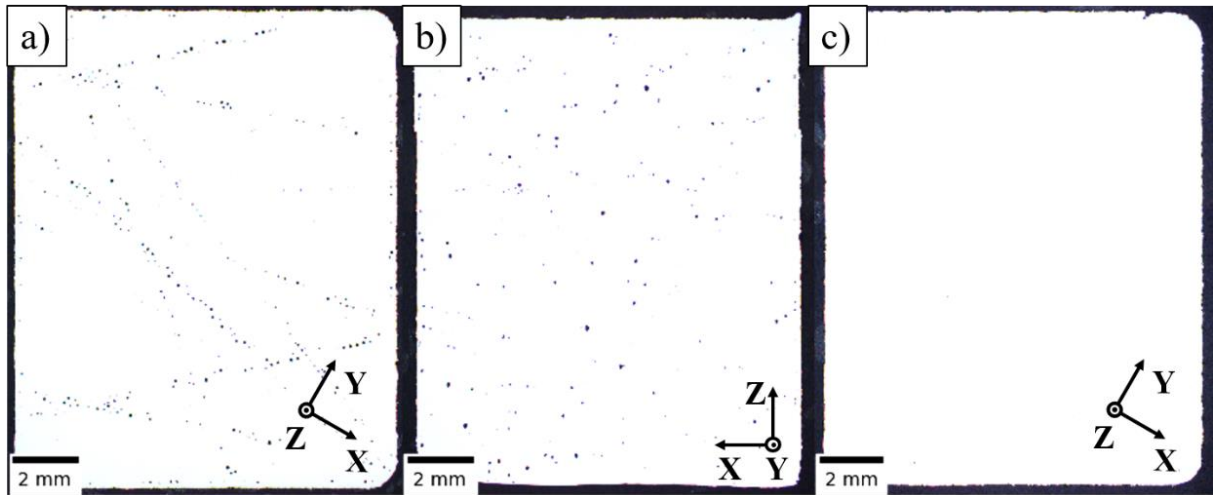


Figure II-24: Visualisation à faible grossissement des pores dans l'échantillon Del-10 a) Dans le plan X-Y b) Dans le plan X-Z. c) Absence de pores dans les échantillons fabriqués en mode Skywriting dans le plan X-Y.

En contrôlant la profondeur polie dans le plan X-Y, il est possible de connaître la position en Z des lignes de pores et de retrouver la ou les couches de fabrication SLM correspondantes (Figure II-25 a) à c)). La comparaison de ces lignes aux zones de recouvrement identifiées sur le fichier SLM montre une corrélation directe entre les pores et les extrémités des cordons. Logiquement, la multiplication des zones de recouvrement est donc à l'origine de la quasi-totalité des porosités dans l'échantillon Del-10, qui apparaissent en bout de cordons, dans les zones d'accélération et décélération de la tête scanner dues au mode *delay*. La figure incrustée dans la Figure II-25 a) dans le plan X-Z, montre en effet des cordons très profonds en *keyhole* dans une zone de transition, et contenant des pores (blancs). Ces pores sont détectés à différentes hauteurs dans les cordons profonds, ce qui permet l'observation simultanée des pores fabriqués à 5 couches différentes.

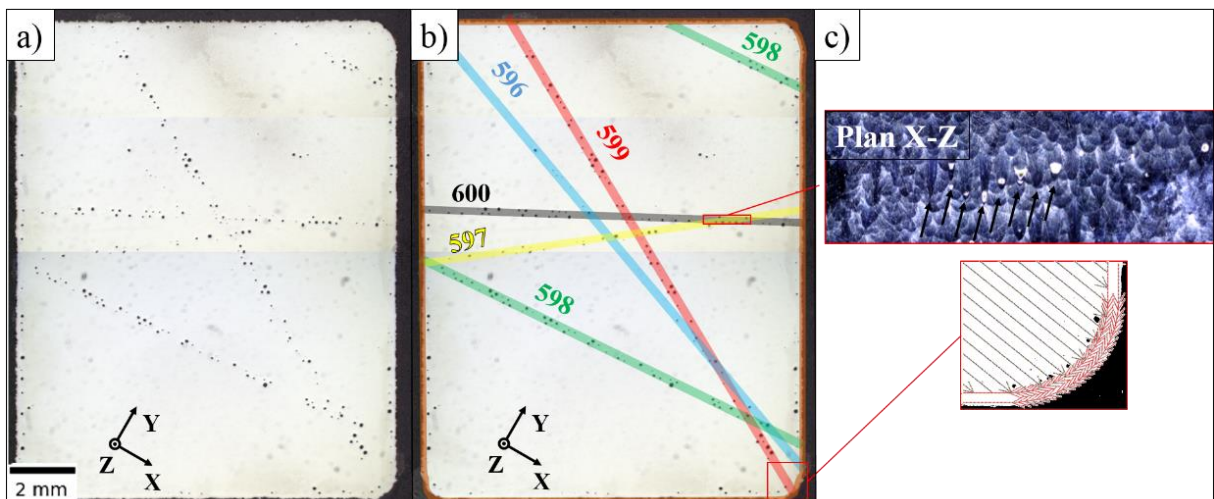


Figure II-25: a) Observation des lignes de pores dans le plan X-Y dans l'échantillon A, b) Superposition des lignes de pores aux zones de recouvrement aux couches de fabrication n°596 à 600 indiquées par le fichier SLM c) Observation à plus fort grossissement des pores après attaque dans le plan X-Z, et dans le coin de l'échantillon à la zone de jonction remplissage-contour dans le plan X-Y.

Si le *skywriting* apparaît donc comme une solution suffisante pour supprimer ce type de pores en stabilisant la vitesse de balayage laser, des études récentes ont montré que malgré l'utilisation du *skywriting*, l'apparition de pores aux extrémités des cordons est possible en *keyhole* [192]. Khairallah [193] et Martin [194] avancent que l'extinction brutale du laser, même à vitesse constante est à l'origine des cavités formées et occasionne des fermetures du capillaire sous l'effet des forces hydrodynamiques en zone fondue. Si la vitesse de solidification est trop importante, le gaz présent au fond de la cavité n'aura pas le temps de remonter à la surface avant de se retrouver piégé dans le matériau solide. Une solution proposée par Martin [194] est d'appliquer une rampe de puissance aux extrémités des cordons en mode *delay*, de manière à équilibrer la quantité d'énergie fournie au matériau.

II.4. Microstructure et texture de pièces à stratégie de balayage laser simples

Les différentes analyses microstructurales réalisées dans ce chapitre ont parfois révélé la présence d'une texture spécifique, à savoir d'une orientation cristallographique privilégiée, à différencier de la texture morphologique qui décrit l'orientation spatiale des grains. Cette texture peut prendre une importance capitale, puisqu'elle est susceptible de dicter les performances mécaniques et en partie l'anisotropie mécanique du matériau. Cette partie vise à identifier les mécanismes à l'origine de la texturation des pièces. Dans la suite, les conventions suivantes seront prises pour nommer les différentes orientations :

- SD : direction de scan laser (*Scanning Direction*)
- TD : direction tangentielle (*Tangential Direction*)
- BD : direction de fabrication (*Building Direction*)

II.4.1. Rappels bibliographiques. Microstructure et texture d'alliages à cristallographie CFC mis en forme par SLM

Les premiers utilisateurs de laser ont déjà pu observer la croissance épitaxiée de métal solidifié sur un substrat de même type [195]. Yadroitsev a plus tard observé ce phénomène dans le cas de monocordons de 316L de maille CFC (Figure II-26 a)) réalisés dans un lit de poudre [74] Figure II-26 b) et c))

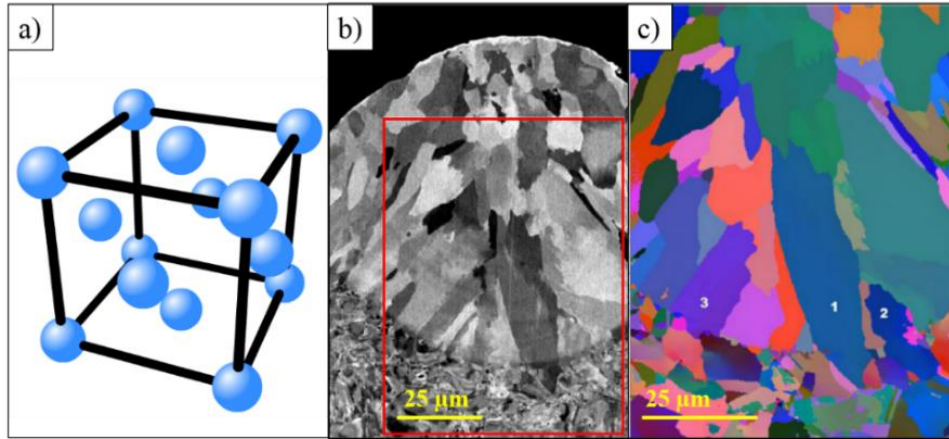


Figure II-26: a) Représentation 3D de la maille FCC b) Image MEB d'un cordon de soudure c) Gros plan en cartographie EBSD dans l'encadré rouge de la zone de jonction entre le cordon et le substrat, indiquant les grains ayant cru par épitaxie. D'après Yadroitsev [74]

De nombreux auteurs ont par la suite pu constater une texture prononcée dans différents matériaux CFC mis en forme par SLM, dont Thijs [196] qui a notamment observé une texture importante dans un alliage d'aluminium, dont la nature variait en fonction de la stratégie de balayage laser choisie. Ainsi, une stratégie unidirectionnelle donnait lieu à une texture très prononcée, orientée $\langle 100 \rangle$ par rapport à SD et à 45° (ou $\langle 110 \rangle$) des directions BD et TD (Figure II-27 a) et b)), aussi appelée texture de Goss. À l'inverse, une stratégie croisée donnait lieu à l'apparition d'une texture différente, moins prononcée, orientée $\langle 100 \rangle$ par rapport aux trois directions (Figure II-27 c) et d)), aussi appelée texture cube.

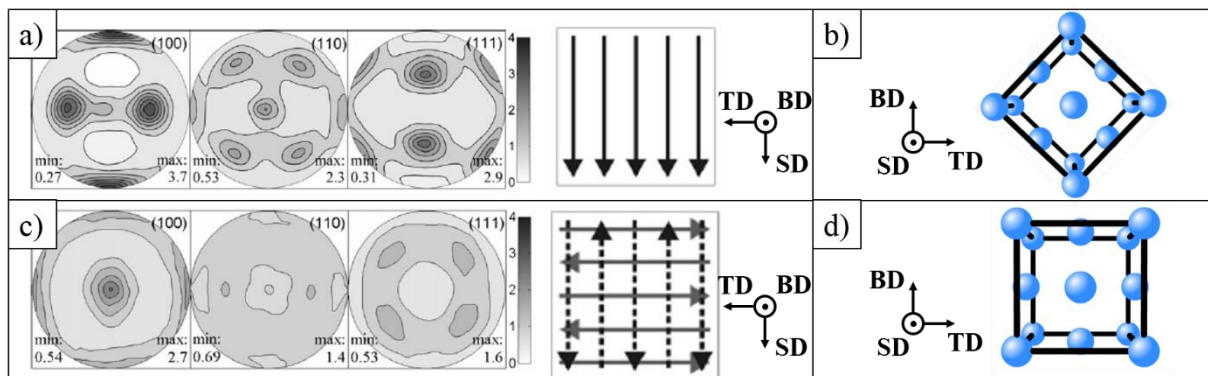


Figure II-27: a) Figure de pôles pour une stratégie de balayage unidirectionnelle b) Orientation de la maille FCC correspondant au pic de texture c) Figure de pôle obtenue pour une stratégie croisée d) Orientation de la maille FCC correspondant au pic de texture. D'après Thijs [196].

Un modèle numérique basé sur la croissance de grains épitaxiée a par la suite été développé par Liu [197] et a montré des résultats similaires à ceux de Thijs. D'autres auteurs ont montré des résultats similaires pour l'Inconel 718 [198,199], ou un alliage Ni-25%Mo [200]. Tous ont insisté sur la prépondérance de la croissance épitaxiée et de la grande influence de la stratégie de scan laser sur la texture finale. Une texture morphologique (grains de forme très allongée, dans le sens de fabrication) et une texture cristallographique (intensité d'une orientation cristalline donnée) cube très prononcées ont aussi été constatées dans un acier 316L par Niendorf [147], en utilisant une forte densité d'énergie pendant la fabrication.

II.4.2. Fabrication d'échantillons avec une stratégie unidirectionnelle

Pour rendre compte des mécanismes et facteurs pouvant influencer la texture morphologique et cristallographique du matériau, des échantillons cubiques en 316L de 10*10*10 mm ont été fabriqués en utilisant des stratégies de balayage laser unidirectionnelles (aller-retour), qui sont les stratégies les plus simples possibles proposées par la machine SLM 125 HL (Figure II-28), sans zone de recouvrement des cordons au cœur de la pièce. Deux directions de lasage ont été choisies: parallèle à la direction du gaz d'inertage ¹ (axe X, Figure II-28 a)), ou parallèle à la direction du racleur (axe Y, Figure II-28 b)). Les paramètres de fabrication du Tableau II-12 ont été gardés constants pour tous les échantillons, et tous les échantillons ont été fabriqués sur le même plateau de fabrication.

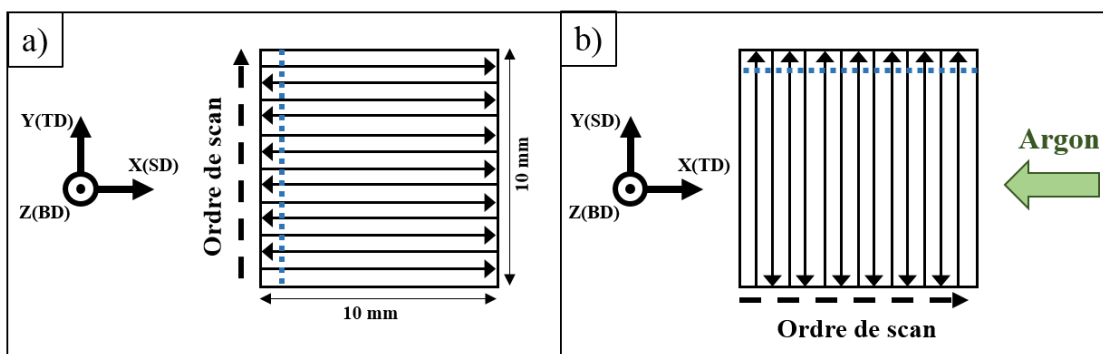


Figure II-28: a) Stratégie de scan laser dans le cas de cordons parallèles au flux de gaz (axe X) b) Stratégie de scan laser dans le cas de cordons parallèles au sens de déplacement du racleur (axe Y). Pointillés bleu=face observée dans le plan TD-BD.

| Paramètre | Valeur |
|--------------------------|--------|
| Écart-vecteur (µm) | 140 |
| Diamètre faisceau (µm) | 73 |
| Hauteur de couche (µm) | 30 |
| Temps par couche (s) | 50 |
| Température plateau (°C) | 80 |

Tableau II-12: Paramètres de fabrication invariables entre les 3 échantillons

Trois échantillons différents ont été fabriqués avec les paramètres indiqués en Tableau II-13. Après fabrication, les échantillons ont été dé-supportés et aucun traitement thermique n'a été appliqué avant observation. Avant d'effectuer un polissage fin, une épaisseur de 1 mm a été retirée de la face du plan TD-BD, jusqu'au niveau indiqué en pointillés Figure II-28, en utilisant du papier SiC P80. Des préparations identiques des faces SD-TD et SD-BD ont été effectuées sur les autres faces de l'échantillon B. Bien que 2 faces correspondant aux plans TD-BD soient disponibles sur chaque échantillon, les faces d'observation ont été choisies de manière à ce que le recouvrement latéral des cordons soit effectué de la droite vers la gauche sur tous les échantillons.

¹ Cette stratégie de fabrication, avec des angles de lasage orientés autour de l'axe du flux de gaz, est souvent proscrite par le constructeur

| Échantillon | A | B | C |
|-------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| Puissance(W) | 175 | 175 | 400 |
| Vitesse (mm.s ⁻¹) | 500 | 500 | 1100 |
| Balayage laser | //X (Figure II-28 a)) | //Y (Figure II-28 b)) | //X (Figure II-28 a)) |
| VED (J.mm ⁻³) | 91 | 91 | 94 |

Tableau II-13: Paramètres de fabrication variables entre les trois échantillons.

II.4.3. Morphologies et dimensions de cordons

Une première analyse des échantillons A, B et C n'a pas révélé de différence de porosité. Celle-ci est inférieure à 0.1% pour les trois échantillons, sans différence de morphologie notable au niveau des pores. Les cordons des échantillons A, B et C ont été observés après attaque chimique Figure II-29. Pour plus de clarté, le contour de quelques bords de fusion a été souligné en pointillés blancs. Les mesures des dimensions de cordons ont été réalisées comme indiqué Figure II-29 b).

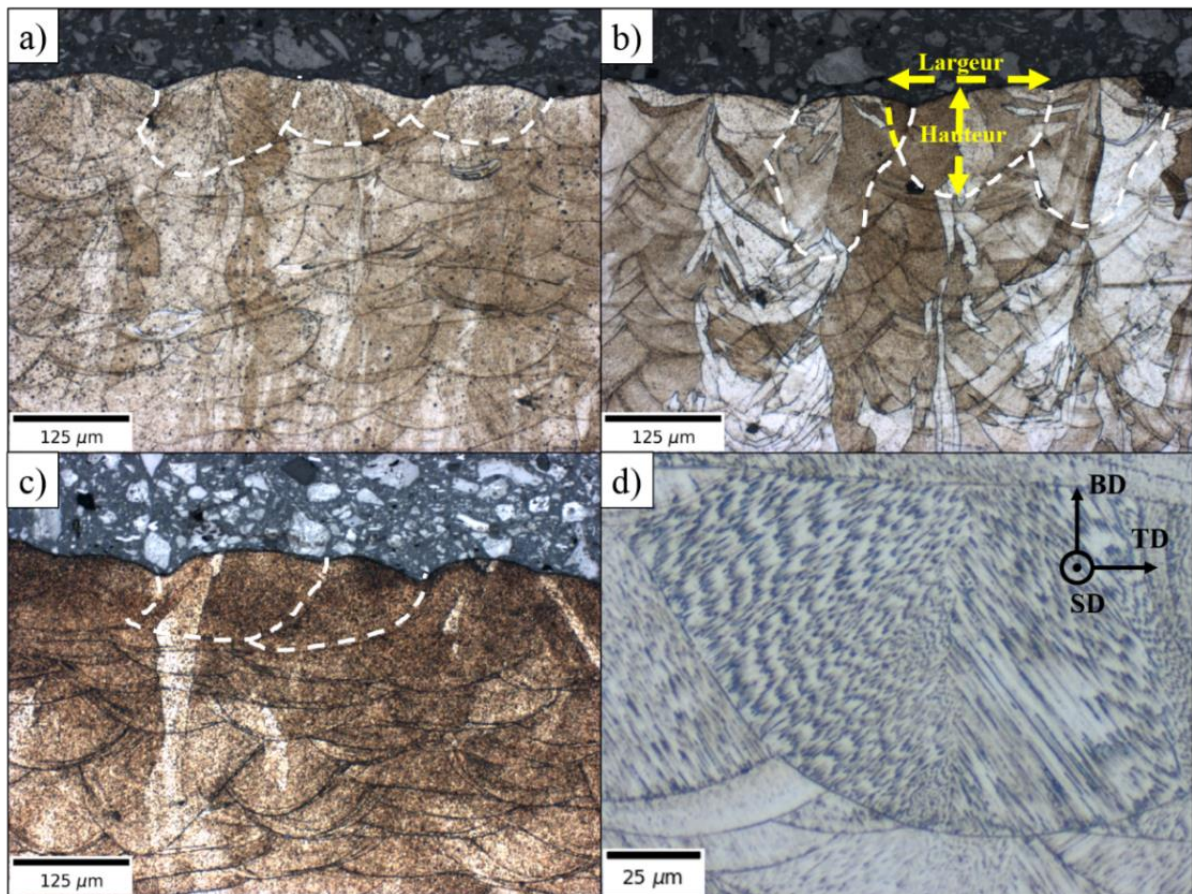


Figure II-29 Observation des cordons après attaque chimique pour les échantillons a) A, b) B, c) C. d) Observation à fort grossissement de la structure cellulaire dans un cordon de l'échantillon A.

Comme une partie du cordon est cachée par le recouvrement et empêche sa mesure directe, sauf au dernier cordon de chaque couche, la largeur a été estimée en interpolant

manuellement la courbure du cordon à la zone de recouvrement. La hauteur des cordons a été mesurée à leur profondeur maximale. On peut remarquer une légère asymétrie des cordons, liée à l'anisotropie de la conduction thermique au moment de la superposition latérale des cordons (ici : métal solidifié à droite, poudre non fondue à gauche). La morphologie des cordons et leur alignement, malgré un déplacement en vecteurs parallèles et rectilignes du laser, peut donc apparaître irrégulière. Une microstructure en cellules est visible pour l'échantillon A (Figure II-29 d). Elle correspond aux observations de la littérature [154].

Une épitaxie importante est visible pour les 3 échantillons grâce à des grains partageant plusieurs cordons empilés, notamment pour l'échantillon B. La Figure II-29 b) montre en effet des grains verticaux partagés sur plus d'une dizaine de couches.

Les dimensions moyennes mesurées des cordons sont reportées en Figure II-30 ainsi que la barre d'erreur représentant la déviation standard pour un minimum de dix mesures par échantillon. La barre d'erreur légèrement plus importante pour la hauteur de l'échantillon B est due à la variabilité importante des morphologies des bords de fusion, notamment plus instable que dans l'échantillon A. Dans les trois cas, le rapport d'aspect hauteur/largeur est compris entre 0.45 et 0.6, et le rapport hauteur/diamètre laser est compris entre 1 et 1.6 ce qui traduit un mode de fusion intermédiaire entre le régime de conduction thermique (bain de fusion peu profond) ou de *keyhole* (cordon plus profond) [52,201]. La forme en « trou de serrure » typique du *keyhole* est en effet observable pour certains cordons (Figure II-29 b)).

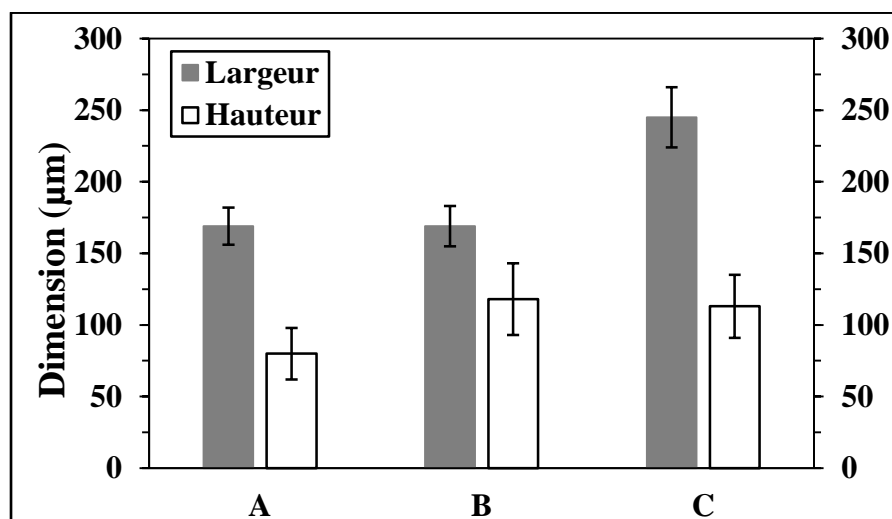


Figure II-30: Dimensions des bords de fusion mesurés dans chaque échantillon

Bien que l'échantillon B présente des cordons plus profonds que l'échantillon A, leurs largeurs moyennes sont identiques (169 µm). Ces deux échantillons ne diffèrent que par l'orientation du sens de scan par rapport à la direction du gaz d'inertage, ces résultats montrent que scanner dans la même direction que celle du gaz d'inertage limite l'énergie laser transmise au matériau. L'échantillon C, fabriqué à une plus grande puissance et une plus grande vitesse, possède des cordons de 245 µm de largeur en moyenne, pour des profondeurs de 113±22 µm. Leur profondeur est donc proche de celle de l'échantillon B (118±25), pour une morphologie indiquant toujours un régime de conduction comme dans l'échantillon A.

En raison de l'écart vecteur fixe (=140 µm), le recouvrement latéral des cordons varie avec leur largeur. Il est de 17% pour les échantillons A et B contre 43 % pour l'échantillon C.

Le critère de densification de Tang [89] (Eq. I-14) est donc vérifié dans tous les cas, ce qui est confirmé par l'absence de porosités de manque de fusion.

II.4.4. Caractérisation des grains en EBSD

Les scans EBSD ont été réalisés sur les échantillons A, B et C dans le plan TD-BD. Par convention, les cartographies et les figures de pôles ont été tracées avec leur direction $\langle uvw \rangle$ parallèle à celle de BD.

La cartographie de l'échantillon B est représentée Figure II-31, accompagnée d'une observation métallographique de la même zone après attaque chimique. Les lignes noires de la cartographie EBSD représentent les joints de grains (déviations angulaires $>15^\circ$) et les lignes rouges représentent les sous-joints de grains (déviations entre 2 et 15°). Comme sur les échantillons précédemment observés, une désorientation intragranulaire est visible à travers la mosaïcité des grains, et est accommodée par un grand nombre de dislocations géométriquement nécessaires [202]. Ces dislocations peuvent provenir de la solidification rapide en SLM, pouvant apporter des déformations importantes dans le solide.

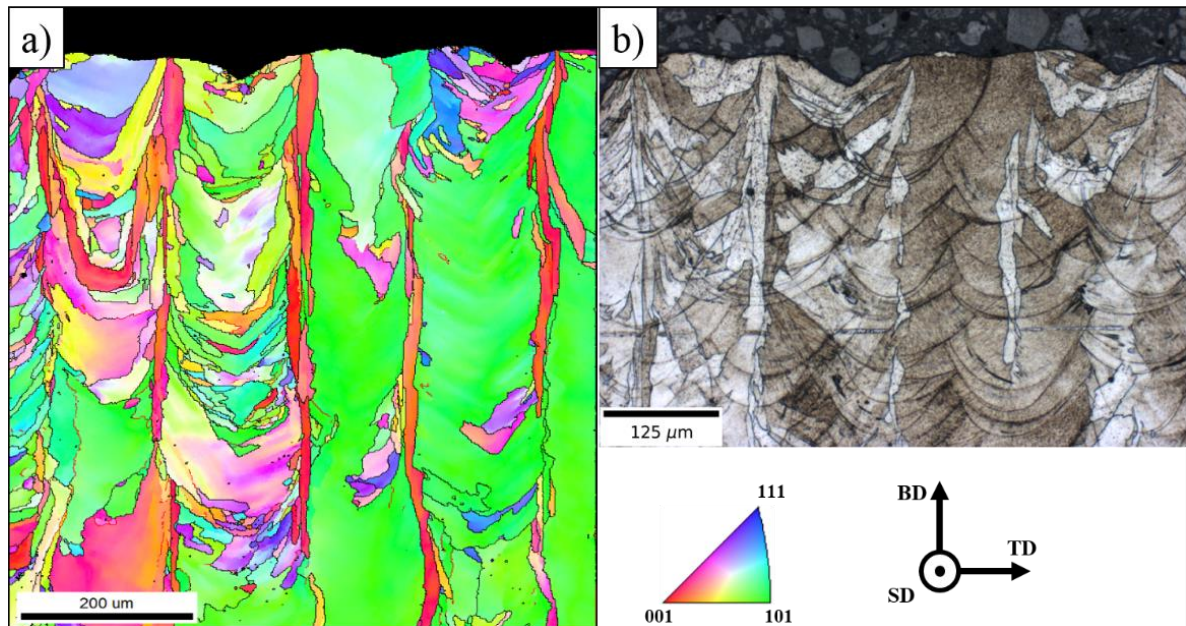


Figure II-31: a) Cartographie EBSD dans le plan TD-BD de l'échantillon B avec les directions $\langle uvw \rangle$ parallèles à BD. b) Métallographie de la même zone après attaque chimique.

Une épitaxie importante est observée sur les grains rouges fins et colonnaires ($\langle 001 \rangle // BD$) et sur les grains verts ($\langle 011 \rangle // BD$) qui traversent toutes les couches observées (plus d'une vingtaine en Figure II-31 a)). L'espacement latéral entre les grains rouges colonnaires correspond à l'écart vecteur. Contrairement aux observations faites par Nadammal [198], la confrontation avec un échantillon attaqué chimiquement montre que ces grains colonnaires rouges $\langle 001 \rangle$ ne sont pas positionnés entre les cordons, mais au centre des cordons qui sont alignés verticalement. Une observation similaire avait déjà été réalisée par Thijs [196]. Ce qui, sur un cliché EBSD, peut être apparenté à la forme des cordons avec une forme en « U »

correspond donc en réalité à la zone de recouvrement de deux cordons successifs. L'observation de la même cartographie pour les deux autres orientations SD et TD Figure II-32 montre que les grains fins colonnaires conservent en partie leur texture cube $\langle 100 \rangle$ parallèlement à SD et $\langle 010 \rangle //$ TD. Les grains colonnaires verts $\langle 011 \rangle$ parallèlement à BD montrent une orientation $\langle 100 \rangle //$ SD très marquée et une orientation $\langle 101 \rangle //$ TD.

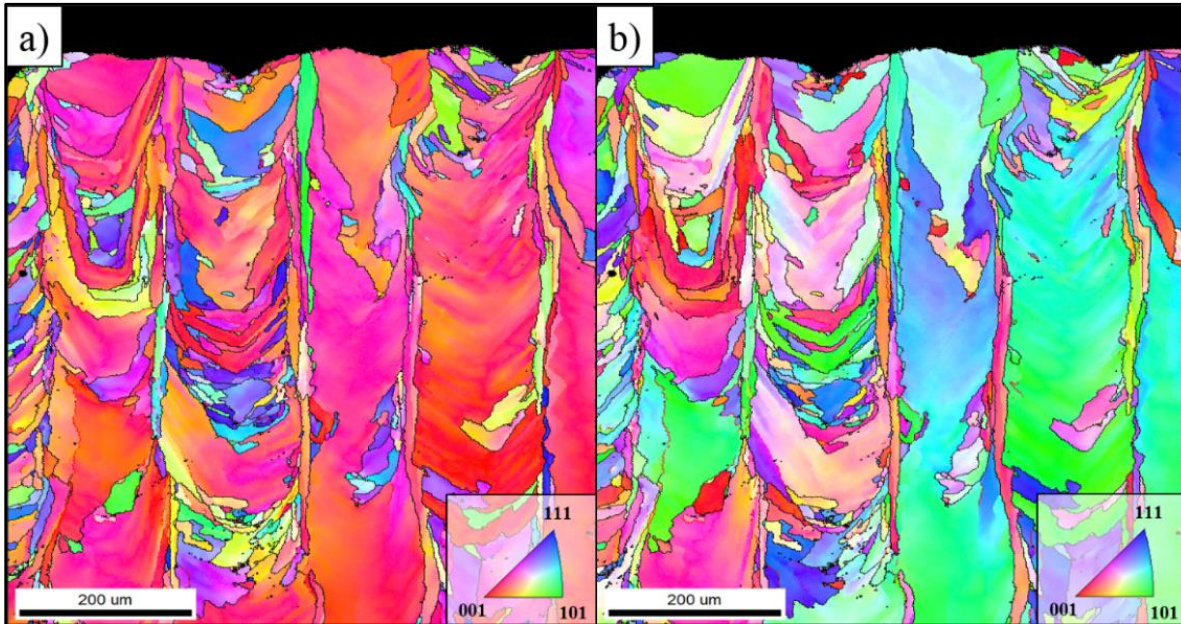


Figure II-32: a) Cartographie identique à la Figure II-31 a) pour une orientation parallèle à SD b) Parallèle à TD.

Pour réaliser une étude quantitative et comparative des microstructures, des cartographies de $1.4 \times 1.4 \text{ mm}^2$ ont été acquises dans la partie supérieure de chaque échantillon dans le plan TD-BD, avec un pas de $1.5 \text{ }\mu\text{m}$ soit plus de 2.6 millions de points acquis par échantillon (Figure II-33 a) à c)).

Une analyse d'orientation quantitative réalisée par *OIM Analysis* montre Tableau II-14 les proportions de grains à différentes orientations, avec une tolérance de 10° par condition. L'échantillon B contient une part plus importante de grains colonnaires $\langle 001 \rangle$ parallèlement à BD, dont la contribution principale vient des grains rouges fins visibles au cœur des cordons. Cette tendance s'accompagne d'une proportion réduite de grains orientés $\langle 011 \rangle$ parallèlement à BD. Les échantillons A et C montrent tous les deux des grains orientés $\langle 011 \rangle$ parallèlement à BD dont la longueur dépasse la hauteur totale de la cartographie, traduisant une croissance par épitaxie entretenue sur plus de 40 couches de cordons. L'échantillon B montre de fréquentes ruptures de la croissance épitaxiée entre les grains colonnaires $\langle 001 \rangle //$ BD, avec des grains orientés dans de nombreuses directions. Les dimensions de grains retranscrites dans l'histogramme Figure II-33 d) de l'échantillon B sont donc globalement inférieures à celles de A et C, malgré des variations de taille importantes.

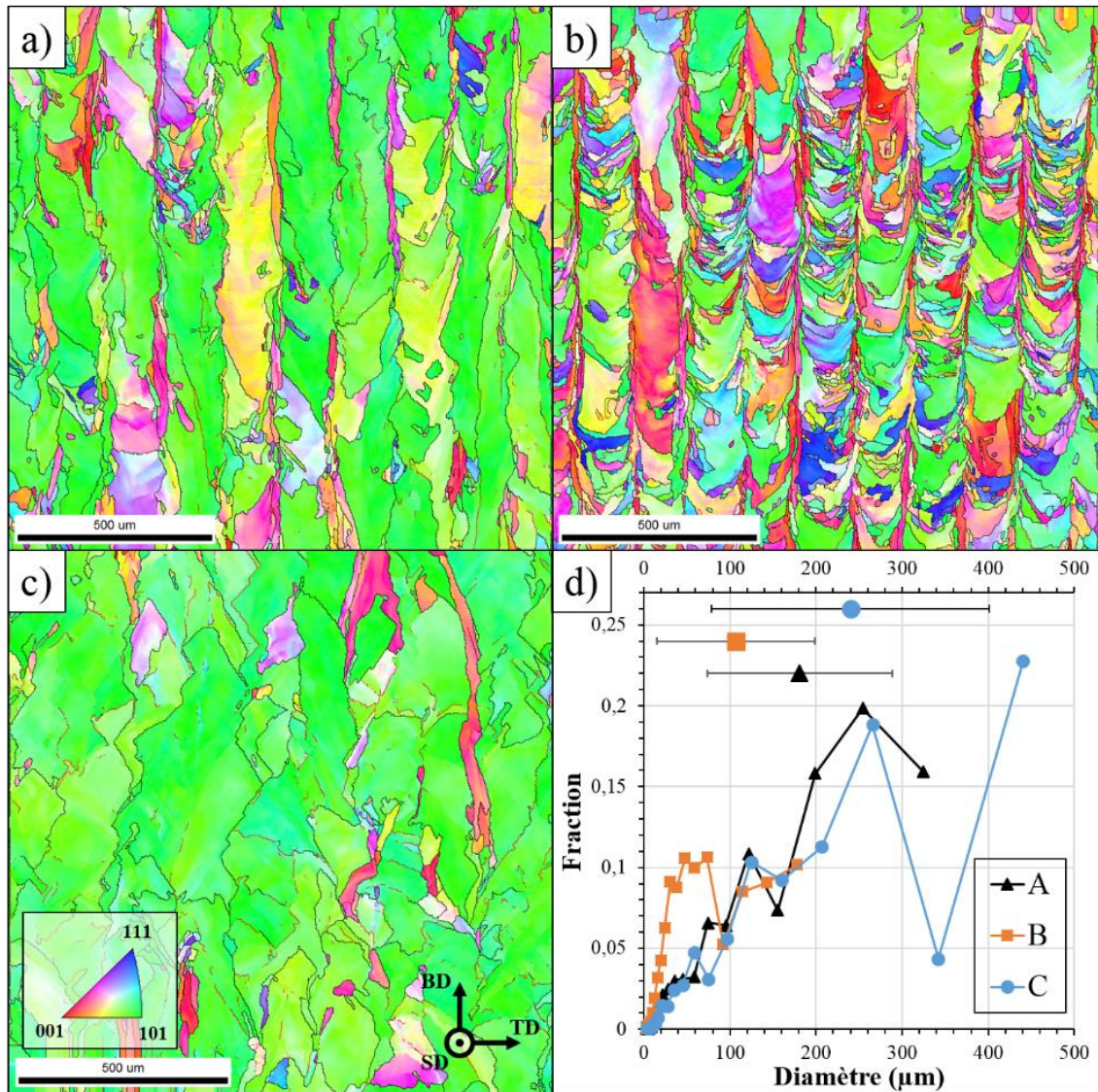


Figure II-33: Cartographie de l'échantillon dans le plan TD-BD orientée par rapport à BD pour l'échantillon, a) A, b) B, c) C. d) Distribution des tailles de grains pondérées en aire et moyennes avec déviation standard.

| Échantillon | <100>//BD | <110>//BD |
|-------------|-----------|-----------|
| A | 2% | 65% |
| B | 11% | 40% |
| C | 2% | 85% |

Tableau II-14: Proportion des grains orientés <001> parallèle à BD et <110> parallèle à BD dans les cartographies Figure II-33 a) à c).

La Figure II-34 a) représente trois cartographies de l'échantillon B, de mêmes dimensions et résolution, prises dans les 3 plans d'observation TD-BD (gauche du cube), SD-BD (droite du cube) et SD-TD (haut du cube). La cartographie SD-TD révèle la présence de nombreux grains rouges de faibles dimensions orientés <001>//BD, entre lesquels des grains plus allongés <011>//BD mais dont l'alignement morphologique se fait dans la direction de TD. Les grains <001>, bien que d'apparence équiaxe dans le plan SD-TD, sont en réalité très

colonnaires après une observation dans le plan TD-BD. Des grains fins et principalement $\langle 011 \rangle // \text{BD}$, et allongés dans la direction de fabrication BD, sont observables sur la cartographie SD-BD. Les grains rouges $\langle 001 \rangle$ ne sont pas observés dans cette coupe car celle-ci a été observée dans une zone de recouvrement de deux cordons, où ce type de grains est présent dans des proportions moindres.

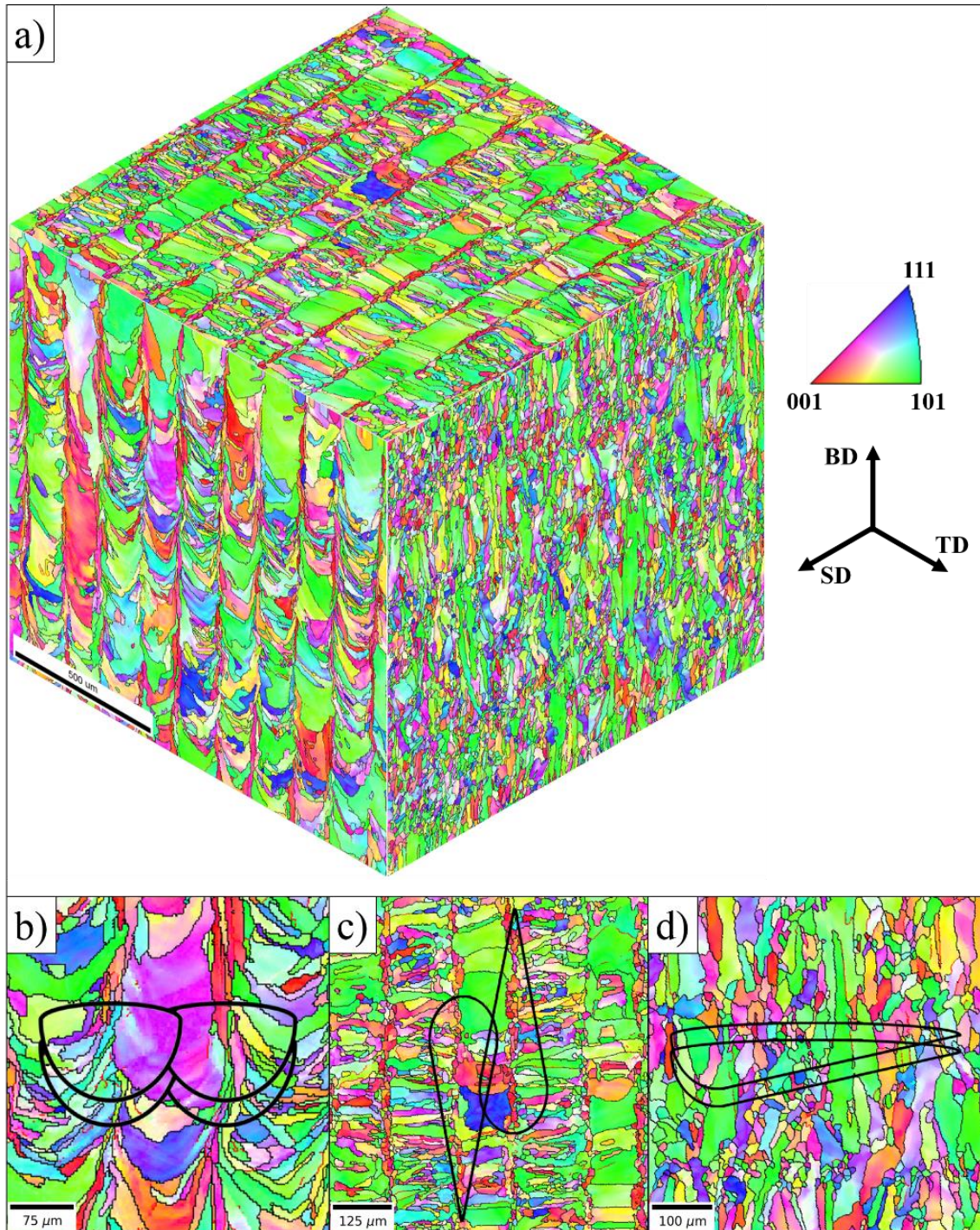


Figure II-34: a) Visualisation 3D de la microstructure de l'échantillon B pour 3 cartographies de 1.4 mm^3 dans les trois plans. Visualisations schématiques des cordons moyens dans les plans b) TD-BD, c) SD-TD, d) SD-BD.

La morphologie des cordons, déduite des dimensions moyennes Figure II-30, est reportée sur des cartographies dans les trois plans d'observation. La longueur totale des cordons a été retrouvée à partir de l'angle des chevrons de soudage (Figure II-35 a)) observés avant polissage, et de la largeur des cordons. Des observations similaires ont été réalisées par Zhou [203] dans la partie supérieure d'un alliage CoCrMo fabriqué en SLM. Les morphologies de cordon en « larme » ou en « goutte » observées ici sont identiques à la description de Kou [152] pour du soudage laser. Cette forme de cordon correspond à des vitesses de soudage très rapides, avec des grains pouvant croître quasi-perpendiculairement à la direction de soudage, avec des grains en apparence équiaxes à la queue du cordon. Ces grains équiaxes sont attribués aux grandes puissances et vitesses du laser en SLM, et pourraient correspondre aux cordons observés et décrits par Arata [204] dans des alliages d'aluminium (Figure II-35 b)). Ces grains sont issus des faibles gradients thermiques en queue de cordon, associés à la vitesse de solidification élevée imposée par le déplacement rapide du bain liquide. Du fait de leur superposition et recouvrement verticaux, ces grains en queue de cordon croissent par épitaxie à chaque nouvelle couche et prennent une orientation morphologique et cristallographique alignée dans le sens de fabrication BD.

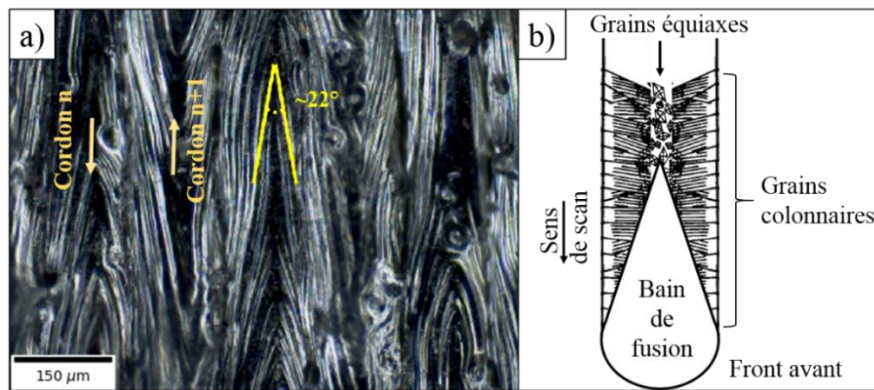


Figure II-35: a) Observation de la partie supérieure de l'échantillon B avant attaque b) Schéma de la solidification autour d'un bain de fusion. Adapté de Arata et Kou [152,204]

II.4.5. Caractérisation de la texture en EBSD

La texture de l'échantillon A a été caractérisée en EBSD à l'extrémité inférieure et supérieure de l'échantillon dans le plan TD-BD (Figure II-36 a)) pour en extraire les figures de pôles $\{001\}$ (Figure II-36 b)). On remarque une évolution croissante du maximum de texture avec la hauteur de fabrication. Dans les premières couches, (sommet de la Figure II-36 a)) les grains sont de petite dimension et orientés dans toutes les directions. Dans les couches suivantes, la croissance épitaxiée des grains vert orientés $\langle 011 \rangle // \text{BD}$ s'opère préférentiellement, ce qui a pour conséquence de sélectionner une seule orientation cristalline et d'augmenter la texture. Enfin, vers le sommet de l'échantillon, on retrouve bien une **texture $\{110\} \langle 001 \rangle$ dite de Goss dans le plan TD-BD.**

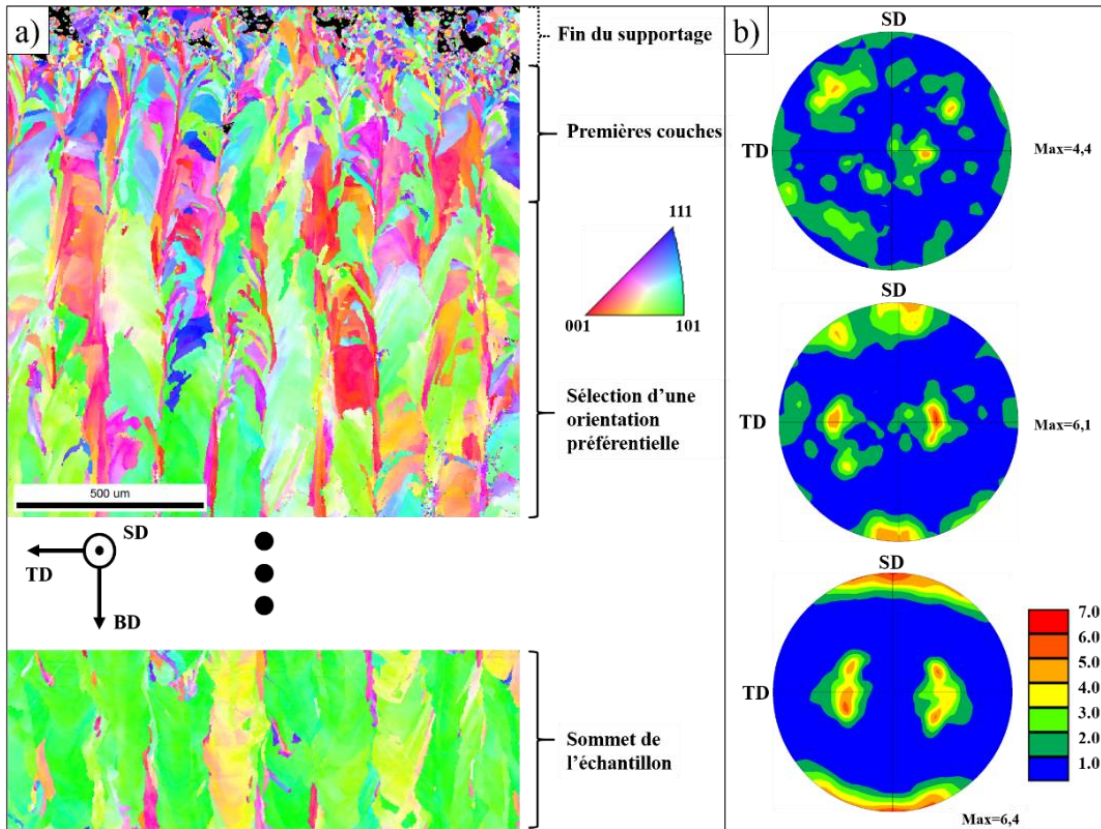


Figure II-36: a) Cartographie de l'échantillon A à l'extrémité inférieure et supérieure b) Figures de pôles {001} correspondant à l'analyse des zones entre crochets

Dans les zones où la texture de Goss est particulièrement prononcée dans le plan TD-BD, un motif en chevrons est observable dans les zones de recouvrement des cordons. Les données EBSD ont été tournées de 10° autour de TD et tracées avec leurs directions $\langle uvw \rangle$ directions //SD pour obtenir un meilleur contraste de couleur Figure II-37. Les chevrons sont périodiquement asymétriques, comme illustré Figure II-37 b). La partie la plus allongée du «V» du chevron ($85 \mu\text{m}$) correspond à la partie droite du cordon le plus récent Figure II-37 c). La différence de longueur entre les deux parties du chevron correspond au recouvrement latéral local, et est donc comprise entre 0 et $30 \mu\text{m}$ dans le cas de l'échantillon A ou B.

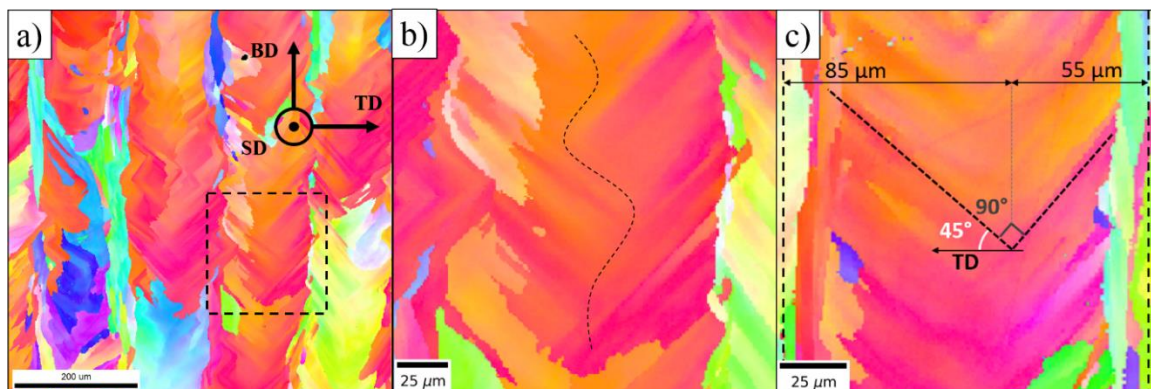


Figure II-37: a) Motif en chevron dans le plan TD-BD observé pour l'échantillon A. b) Grossissement de la zone encadrée en a) avec mise en évidence de l'asymétrie des chevrons c) Observation dans l'échantillon B et mesure de la géométrie des chevrons

La texture observée pour les échantillons B et C est similaire à la texture de Goss observée pour l'échantillon A. Les trois figures de pôles principales $\{001\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ sont tracées Figure II-38. Les trois échantillons présentent la même texture de Goss, mais avec des différences dans l'intensité maximale des pics, et dans la forme des niveaux à des intensités faibles (≤ 4). La texture la plus prononcée est celle de l'échantillon C, suivie de celles de A et B, à des niveaux de 10.4, 6.3 et 6 respectivement pour la figure de pôles $\{001\}$. Cette texture se caractérise par des cristaux CFC alignés dans le sens de scan laser (SD), et orientés à 45° des directions BD et TD (voir Figure II-27 b)). Cette texture a aussi été observée par Nadammal [198] comme étant une texture cube tournée, en prenant la direction de référence parallèle à SD. Dans l'échantillon B, la présence de nombreux grains colonnaires $\langle 001 \rangle // BD$ indique la présence d'une texture cube secondaire faible $\{100\}\langle 001 \rangle$. La ligne observable sur la figure de pôle $\{001\}$ de l'échantillon B indique la présence d'une fibre partielle $\langle 100 \rangle$, aussi remarquée par Thijs pour l'aluminium [196].

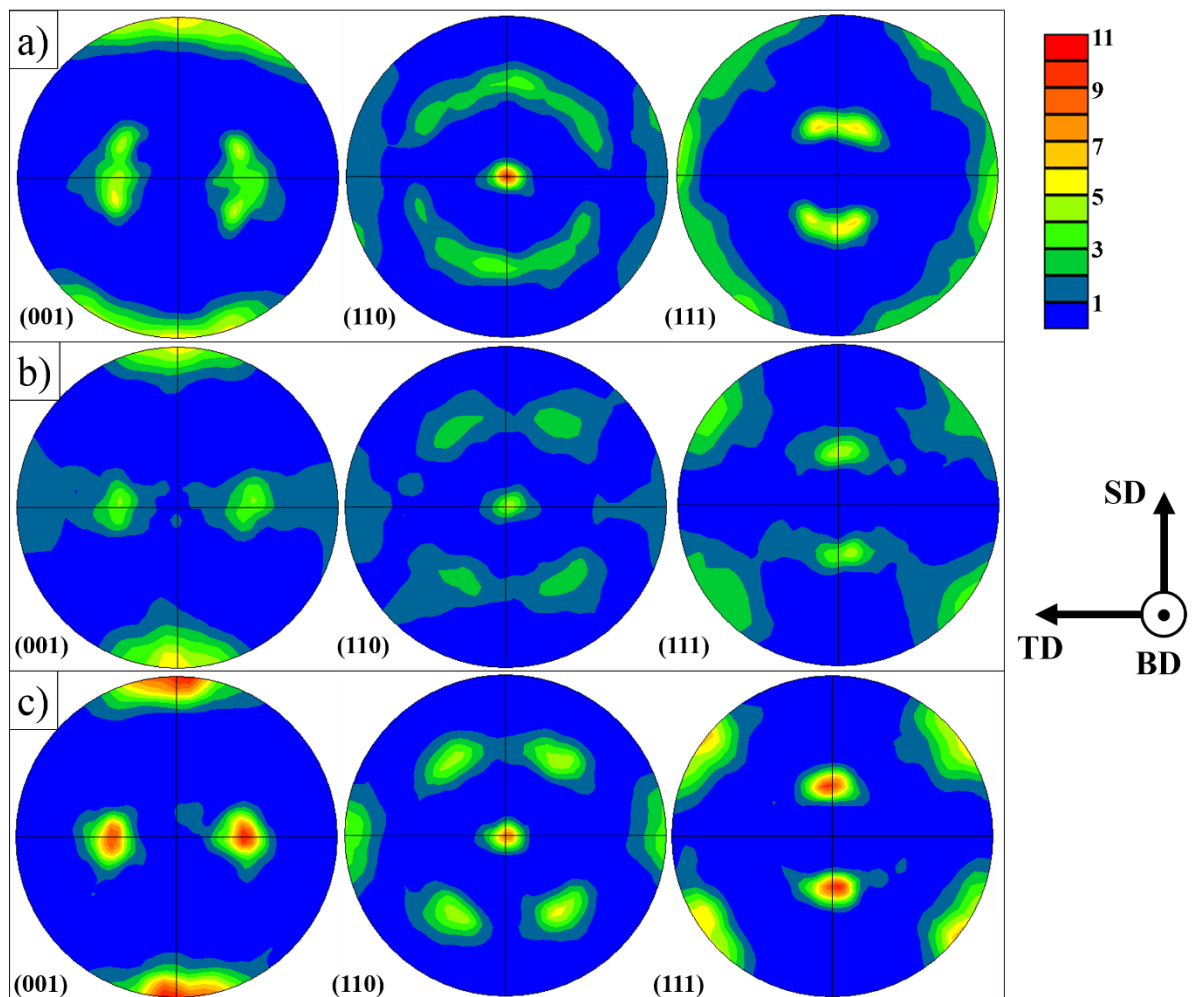


Figure II-38: Figures de pôles $\{001\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ pour les échantillons a) A, b) B, c) C acquises dans le plan TD-SD sur une surface de 3.92 mm^2 pour un pas d'acquisition de $1.5 \mu\text{m}$.

II.4.6. Texturation par croissance épitaxiée

La théorie de la solidification a depuis longtemps identifié que le sens de croissance préférentiel des cristaux CFC se fait dans la direction $\langle 001 \rangle$. Ce sens de croissance correspond à la direction dans laquelle la solidification sera la plus rapide, et va donc prendre le pas sur les autres directions. Cet effet est lié à l'anisotropie des cristaux CFC, avec la présence de plans denses et d'autres moins denses. Les axes où peu d'atomes sont présents, à savoir dans les directions $\langle 001 \rangle$, sont les plus rapides à croître car ils nécessitent moins d'atomes. [205,206].

Dans le cas d'un monocordon, la meilleure direction de croissance pour des dendrites ou des cellules dans le plan TD-BD se fait perpendiculairement à l'interface solide-liquide et aux isothermes (en approximant le matériau à un corps pur), donc dans le sens du gradient thermique principal. Les grains croissant par épitaxie dans ces directions, ou ayant germé de manière hétérogène, seront les plus rapides à croître lorsque leur alignement cristallographique sera dans la direction du gradient thermique (Figure II-39). Ceci a été observé par Ocelík en LMD [207], ou en SLM par Yadroitsev [74], avec des grains croissant perpendiculairement au bord inférieur du cordon et orientés vers le centre du cordon. Cette observation n'est cependant valable que dans le cas d'un mono cordon, puisque les microstructures et orientations cristallographiques observées précédemment dans les cartographies et les figures de pôles sont très différentes. Une texture importante, avec une orientation préférentielle des cubes FCC à 45° de la direction de fabrication (BD) et de la direction tangentielle au scan (TD) a été observée, avec un alignement des cubes le long de la direction de scan (SD).

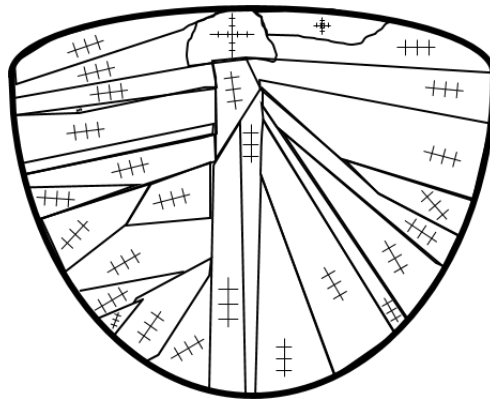


Figure II-39: Schématisation d'un monocordon et de la microstructure associée. Les barres représentent le sens des dendrites (ou cellules) et l'orientation cristallographique $\langle 001 \rangle$ est dans le sens du bras primaire de la dendrite.

L'alignement de la direction $\langle 001 \rangle$ avec la direction de scan s'explique simplement par le sens du gradient thermique induit dans le plan SD-TD pendant le tracé d'un vecteur de lasage. Ce gradient suit exactement la trajectoire du laser, comme décrit par Zhou [203], ce qui résulte en une croissance $\langle 001 \rangle$ dans la même direction en adéquation avec la théorie de la solidification. La rotation de 180° entre deux vecteurs successifs n'impacte pas cette direction. Du fait de sa nature cubique, toute rotation multiple de 90° dans le cristal FCC résultera en une même orientation cristallographique. Une rotation de 180° autour de BD du gradient thermique ne changera donc pas l'orientation cristallographique, même si la solidification se fait dans le sens opposé à celui suivi dans le cordon précédent.

Le processus de solidification et de sélection de la microstructure est décrit Figure II-40 pour le plan TD-BD. Les bains de fusion des échantillons A, B et C sont basés sur les mesures moyennes Figure II-30. Une attention particulière a été portée Figure II-40 d) pour expliquer la sélection cristallographique qui s'opère à la zone de recouvrement latérale des cordons pour les échantillons A et C, tandis que la Figure II-40 e) décrit la microstructure de l'échantillon B. L'ordre de recouvrement des cordons s'effectue de la droite vers la gauche, et l'empilement du bas vers le haut. La chronologie des bains de fusion est donc A/B/C/D/E/F.

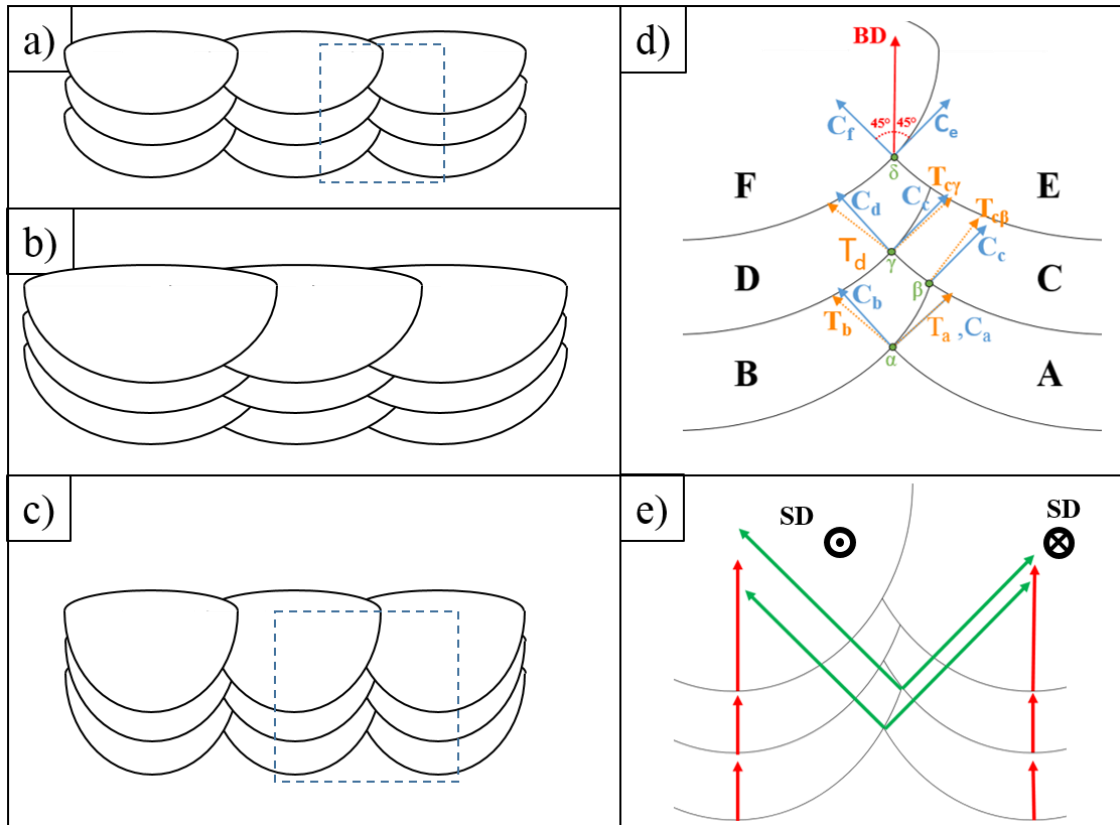


Figure II-40: Schématisation des bains de fusion moyens pour l'échantillon a) A, b) C, c) B, d) croissance épitaxiée à la zone de recouvrement de cordon dans l'échantillon A ou C, e) Croissance épitaxiée au centre des cordons et à la zone de recouvrement latérale des cordons dans l'échantillon B. T_i : Gradient thermique local au cordon i , C_i : direction de la cellule au cordon i .

- Point α (Figure II-40 d)):

Le cordon A est le premier cordon réalisé. La germination des grains se fait donc perpendiculairement aux isothermes, et les cellules croissent donc dans la direction C_a , qui suit le gradient thermique T_a perpendiculaire à l'interface liquide/solide dans le plan TD-BD. On a donc $C_a // T_a$, avec des grains aux multiples orientations comme illustré Figure II-39. Lorsque le cordon B est réalisé, il va refondre le cordon précédent A dans la zone de recouvrement, et le gradient thermique T_b impose une direction de solidification pour les cellules dans le cordon B. La nucléation hétérogène attendue est toutefois susceptible de ne pas se réaliser, puisqu'une croissance épitaxiée sur les cellules du cordon A est envisageable. Le gradient thermique T_b imposant une direction de solidification, la croissance épitaxiée de direction C_b ne peut pas avoir une distance angulaire trop élevée avec la direction T_b . La seule direction possible pour

C_b pouvant donner lieu à une croissance épitaxiée est donc perpendiculaire à C_a , qui est proche de la direction T_b . Localement, la croissance épitaxiée dans B a lieu sur les bras secondaires des cellules-dendritiques du cordon A, ou tout simplement à 90° les cellules du cordon A. Le système cristallographique étant CFC, aucune différence dans l'orientation du cristal ne sera notable puisque les directions C_a et C_b seront perpendiculaires. Ce phénomène de croissance épitaxiée à 90° , partant sur des bras secondaires a notamment été décrit par Dinda [208] en LMD sur un superalliage base nickel (Figure II-41 a)), et a aussi été observé en fusion de lit de poudre dans un alliage à haute entropie par Dovgy [209] (Figure II-41 b)). Ces croissances de grains suivant des angles droits sont aussi observables sur la cartographie de l'échantillon C Figure II-33.

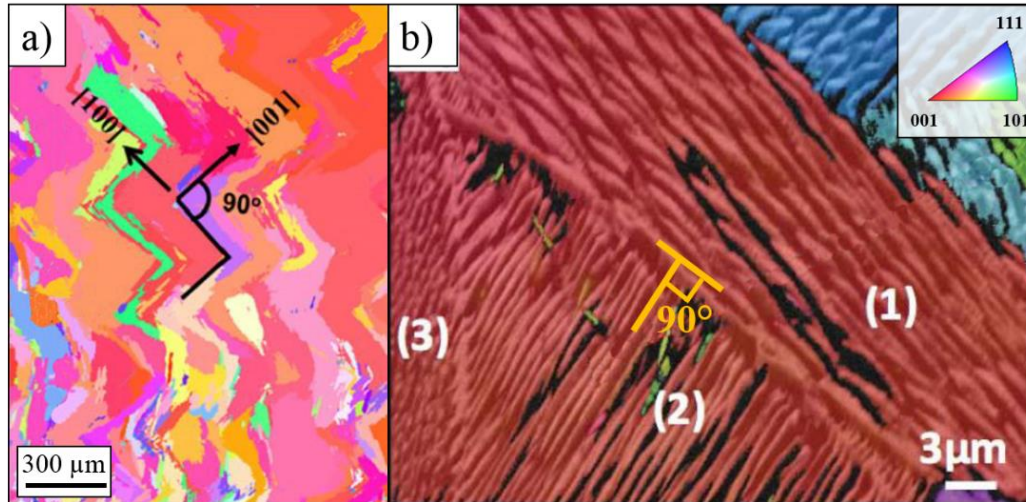


Figure II-41: a) Observation en EBSD de la croissance de grain en zigzag sur des couches de DMD empilées verticalement dans des sens de balayage opposés. D'après Dinda [208]. b) Cartographie au MEB EBSD de cellules de même orientation cristallographique à 90° les unes des autres. Adapté de Dovgy [209]

- Point α à β à la limite des cordons A et B:

Les cellules du cordon A en contact avec la bordure du cordon B ont toutes des orientations proches voire identiques. La solidification va donc suivre la même orientation C_b par épitaxie tant que la différence angulaire avec le gradient thermique reste faible. Si cette distance angulaire vient à être trop grande, il résulte une rupture de la croissance épitaxiée avec une germination hétérogène guidée par le sens du gradient thermique local de cellules à une direction non perpendiculaire à C_a , nécessitant une énergie de nucléation plus faible que la croissance par épitaxie.

- Point β :

Après le scan du cordon C, la direction de croissance par épitaxie des cellules C_c peut soit suivre l'orientation primaire C_a , ou la direction perpendiculaire à C_b . La différence angulaire entre $T_{c\beta}$ et C_a étant très faible, la direction suivie est donc C_a . Cette direction est d'autant plus favorisée par la présence des cellules orientées C_b , dont les éventuels bras secondaires peuvent être alignés dans la direction C_a . Dans le cas où une porosité, un film d'oxyde ou une rupture de la croissance épitaxiée a lieu, certains grains ou cellules peuvent germer avec une direction cristallographique qui est celle du gradient thermique $T_{c\beta}$.

À chaque nouvelle couche et nouveau cordon, la compétition entre la germination hétérogène (suivant le gradient thermique) et la croissance épitaxiée (contrôlée par les grains

déjà présents) peut être à l'origine du motif en chevrons, caractérisé par de légères désorientations cristallographiques Figure II-37. L'asymétrie du chevron vient de la décentralisation des zones de jonction des cordons de soudure, le point β étant décalé par rapport aux autres points centraux α , γ , et δ . Une croissance à $+45^\circ$ (gauche) et -45° (droite) par rapport à BD depuis le point β résulterait en effet en une longueur de cellule supérieure des cellules sur le côté gauche, jusqu'à ce que celles-ci rencontrent le milieu du cordon (Figure II-40 e)).

- Point β à γ :

Même raisonnement qu'aux points α et β . La croissance épitaxiée est entretenue par la direction des bras secondaires des cellules C_b . De plus, l'ordre chronologique de croissance des cellules, d'abord au point β puis montant progressivement au point γ , assistera la croissance dans la direction C_c en bloquant physiquement les cellules pouvant croître dans des directions trop différentes.

- Point γ :

Après la réalisation du cordon D, les cellules peuvent croître directement sur les bras primaires des cellules du cordon inférieur B.

Dans toutes les couches suivantes, les cellules croissant épitaxialement seront les plus rapides à croître, ce qui permettra d'éliminer graduellement les autres orientations (Figure II-36 a)). L'épithaxie s'entretient à la fois grâce aux cordons inférieurs, mais aussi aux cordons latéraux. La configuration la plus stable est atteinte lorsque chaque nouvelle cellule croît dans une direction identique à celles du cordon inférieur, ou à 90° de celles du cordon latéral voisin. Ceci correspond à une orientation faisant un angle de 45° avec la direction de fabrication, comme illustré au point δ Figure II-40 d). Ceci correspond aussi à un état où la déviation angulaire avec le gradient thermique local est minimale.

Les grains colonnaires $\langle 001 \rangle$ de l'échantillon B observables dans les cartographies EBSD sont représentés Figure II-40 e). Dans les premières couches, ces grains résultent de la germination hétérogène liée aux gradients thermiques verticaux depuis le fond du bain de fusion. Dans la stratégie de balayage laser choisie, les cordons, et donc leurs centres, sont alignés verticalement. À chaque nouvelle couche, le gradient thermique et l'épithaxie vont donc pouvoir entretenir la germination et la croissance d'un grain dans la direction $\langle 001 \rangle$. De plus, la différence angulaire, du fait du faible rayon de courbure des cordons de B, est trop différente de la direction $\langle 011 \rangle$ pour pouvoir donner lieu à une croissance épitaxiée $\langle 011 \rangle$ au fond des cordons. Cette forte courbure, due à un régime de lasage énergétique, est aussi à l'origine de la texture plus faible de l'échantillon B. Du fait des forts gradients thermiques, la croissance de par épithaxie des grains est moins privilégiée que dans les échantillons A et C, donnant lieu à la croissance de grains orientés dans presque toutes les directions du plan TD-BD. Ces directions multiples, avec la direction $\langle 001 \rangle$ des grains colonnaires, forme donc la fibre observée Figure II-38 b).

Les grains colonnaires $\langle 001 \rangle$ au centre des cordons sont aussi présents dans l'échantillon A, mais dans des proportions plus faibles. Les bains de fusion étant moins profonds, ceux-ci présentent des gradients thermiques moins importants, ce qui laisse plus d'opportunité pour la croissance épitaxiée $\langle 011 \rangle$. Dans l'échantillon C, le recouvrement des cordons est tel que, combiné à la faible profondeur des cordons, les grains orientés $\{100\}\langle 001 \rangle$ au centre des cordons ne sont pas observés.

L'effet de l'épithaxie sur la texturation des pièces illustré Figure II-40 est une simplification de la réalité. La sélection d'une orientation privilégiée ne s'effectue pas qu'aux

premières couches de fabrication, mais pendant toute la fabrication. De nombreuses ruptures dans la texture, résultant en une germination hétérogène guidée par le gradient thermique sont observées dans les échantillons, et peuvent avoir des origines multiples. La forme des cordons n'est pas parfaitement régulière. Une forte variation de la morphologie d'un cordon peut perturber la direction des gradients thermiques locaux. De plus, la présence d'une porosité de retrait, d'un film d'oxyde [210], d'une zone ségréguée, ou d'une particule amorphe [140] peut aussi occulter la croissance épitaxiée.

II.5. Influence du balayage angulaire sur la texture et la microstructure

II.5.1. Impact de la direction de scan laser sur la morphologie de cordon

Un gaz d'inertage soufflé selon un axe (*cross-jet*) est susceptible d'interférer indirectement avec le laser. Anwar [211] a montré les conséquences néfastes d'un scan effectué dans la même direction que celle du gaz d'inertage. En effet, le flux de gaz a pour double objectif de souffler les particules éjectées en dehors du lit de poudre, et de pousser les vapeurs métalliques pour éviter leur interaction avec le laser. Dans le cas où une faible vitesse de gaz d'inertage est appliquée, moins de particules éjectées sont récupérées en fin de fabrication, et de nombreux manques de fusion réduisent les propriétés mécaniques des pièces [211], attribuées à une interaction accrue du laser avec la vapeur métallique. De la même manière, Scholz [212] a observé que l'intensité du laser peut décroître en interagissant avec la vapeur métallique. La plume de vapeur peut interagir de plusieurs manières avec le faisceau laser : directement et indirectement. Dans un premier temps, la colonne de vapeur chaude et dense peut agir comme une lentille thermique, et modifier la caustique du laser, affectant son diamètre effectif et donc sa distribution spatiale d'énergie. Selon Park [213], les nanoparticules contenues dans la vapeur métallique peuvent interagir avec le laser via des phénomènes de diffusion et d'absorption de Rayleigh, pouvant avoir lieu lorsque les particules condensées (< 100 nm) ont des dimensions très inférieures à la longueur d'onde du laser (ici 1070 nm).

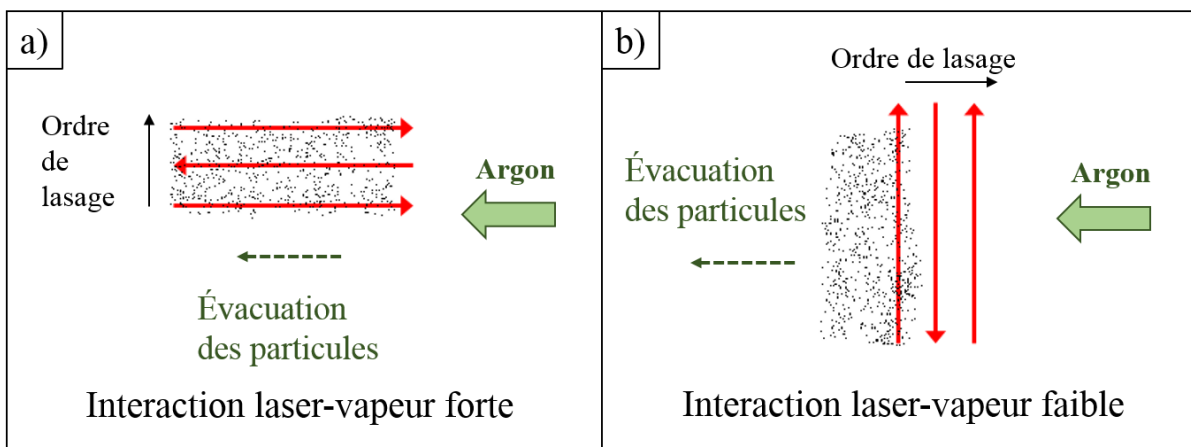


Figure II-42: Schématisation de l'interaction laser-vapeur dans le cas d'un balayage laser a) Parallèle au flux de gaz b) Perpendiculaire au flux de gaz

Les échantillons A et B (voir Figure II-30) présentent des cordons de largeur identiques mais de profondeur en moyenne 40 μm inférieure pour A (parallèle au flux de gaz). L'interaction du laser avec la vapeur métallique et les éjectas liquides peut alors avoir entraîné une absorption du rayonnement (voir Figure II-42), réduisant ainsi les profondeurs fondues.

Enfin, l'échantillon C fabriqué avec la même VED, mais avec une puissance et vitesse deux fois plus élevées, présente des cordons ayant les mêmes proportions que l'échantillon A mais 40 % plus larges et profonds. Une telle différence dans les profondeurs de cordons ne serait normalement pas attendue si on considère des modèles analytiques récents [52,53,77] qui mettent en évidence une dépendance linéaire de la profondeur au VED. Il est cependant probable que les effets perturbateurs de la plume de vapeur métallique vis-à-vis de la transmission du laser aient été minimisés sur l'échantillon C par rapport à l'échantillon A.

II.5.2. Angle de scan interdit

Pour limiter la variabilité des dimensions de cordons, les fabricants de machine SLM cherchent à éviter les directions de lasage « néfastes » à l'homogénéité du matériau pendant les phases de remplissage, et en particulier les directions trop proches de celles du gaz d'inertage. Pour ce faire, les fabricants introduisent des plages angulaires autour de la direction du gaz d'inertage. La Figure II-43 illustre l'évolution des directions que peuvent prendre les vecteurs de lasage à chaque nouvelle couche dans une pièce pour les paramètres suivants :

- Angle de lasage à la couche 1 : 30° par rapport à l'axe Y
- Incrément angulaire à chaque couche : 30°
- Plage angulaire interdite $\pm 45^\circ$ par rapport à la direction du flux de gaz
- Prise en compte du gaz dans l'ordre de lasage : l'empilement latéral des cordons se fait dans la direction opposée à celle du gaz d'inertage

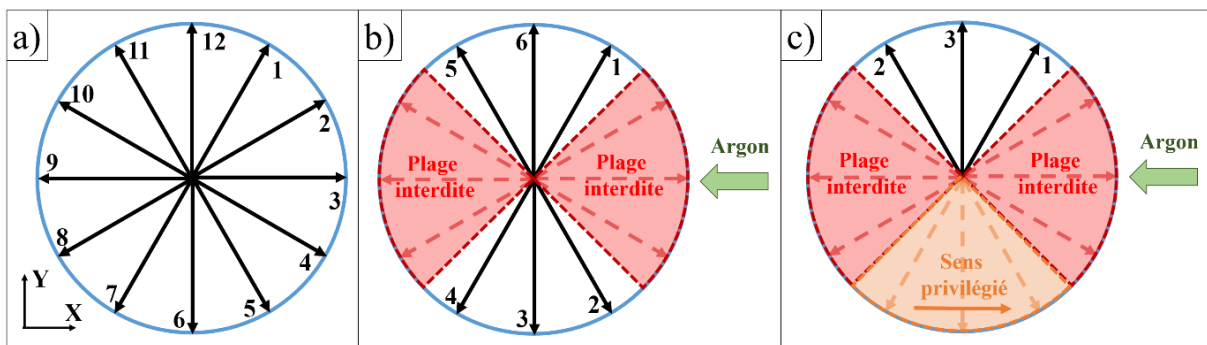


Figure II-43: Illustration des directions de balayage possibles pendant un scan multidirectionnel a) Sans contraintes b) Avec une plage angulaire interdite c) Avec la chronologie de balayage laser

En pratique, la fabrication d'une pièce en lasant dans toutes les directions est donc peu réalisée. En partant d'une commande de scan multidirectionnel Figure II-43 a) avec un pas angulaire par couche de 30°, les vecteurs tracés sans restriction donneraient 12 sens de balayage possible. Après prise en compte de la zone interdite par le flux de gaz d'inertage, ces sens de balayage se réduisent au nombre de 6 (Figure II-43 b)). Enfin, le recouvrement latéral des

cordons se fait généralement à contresens du flux de gaz pour limiter l'interaction laser-plume de vapeur. Le nombre de sens de balayage se retrouve donc ici réduit à 3.

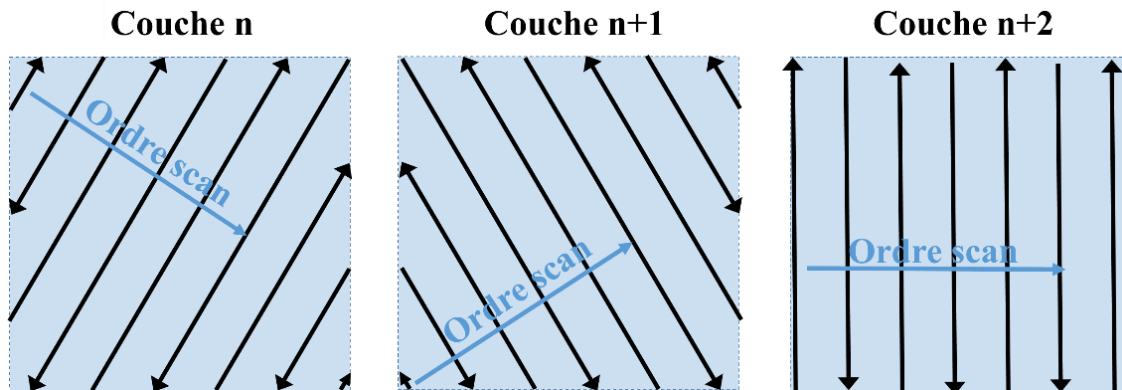


Figure II-44: Sens des vecteurs de lasage en mode méandres pour un cube réalisé avec les paramètres Figure II-43 c).

Quel que soit le pas angulaire par couche, tous les sens de balayage se trouveront réduits à la fenêtre angulaire limitée par la plage interdite et le sens de scan laser.

II.5.3. Impact de la limitation angulaire sur la microstructure

La limitation angulaire des sens de scan laser restreint donc l'hétérogénéité des orientations cristallines et peut donc induire une texture, malgré la consigne de rotation à chaque couche. En effet, toutes les directions prises par les vecteurs de lasage dans la Figure II-43 c) oscillent à 45° autour de la direction principale définie par l'axe Y.

Pour mettre en évidence l'effet de cette faible plage d'orientation du balayage laser sur la texture, un échantillon de contrôle a été fabriqué avec une rotation de 33° de l'angle de scan à chaque nouvelle couche, dans les conditions définies dans le Tableau II-15. Le reste des paramètres restant identiques à ceux du Tableau II-5.

| Paramètre | Valeur |
|-------------------------------|--------|
| Puissance (W) | 200 |
| Écart-vecteur (µm) | 110 |
| Vitesse (mm.s ⁻¹) | 800 |

Tableau II-15: Paramètres de l'échantillon contrôle de texture avec rotation de 33° par couche

Un scan EBSD, avec le tracé des cartographies et des figures de pôles Figure II-45 révèle en effet la présence d'une texture de Goss. Une proportion non négligeable de grains <001> //SD et <011> //TD et BD sont en effet observables sur les cartographies. Les figures de pôles Figure II-45 d) sont assez identiques aux figures de pôles caractéristiques de l'échantillon C Figure II-38 d). Les pics de texture sont toutefois inférieurs à ceux des échantillons A, B et C avec un maximum du pic {110} à 5.3. La taille de grain pondéré en aire est de 42±28 µm, avec

un pic à 50 μm et un maximum à 111 μm , ce qui reste dans l'intervalle de taille mesuré pour les échantillons en II.3.2.

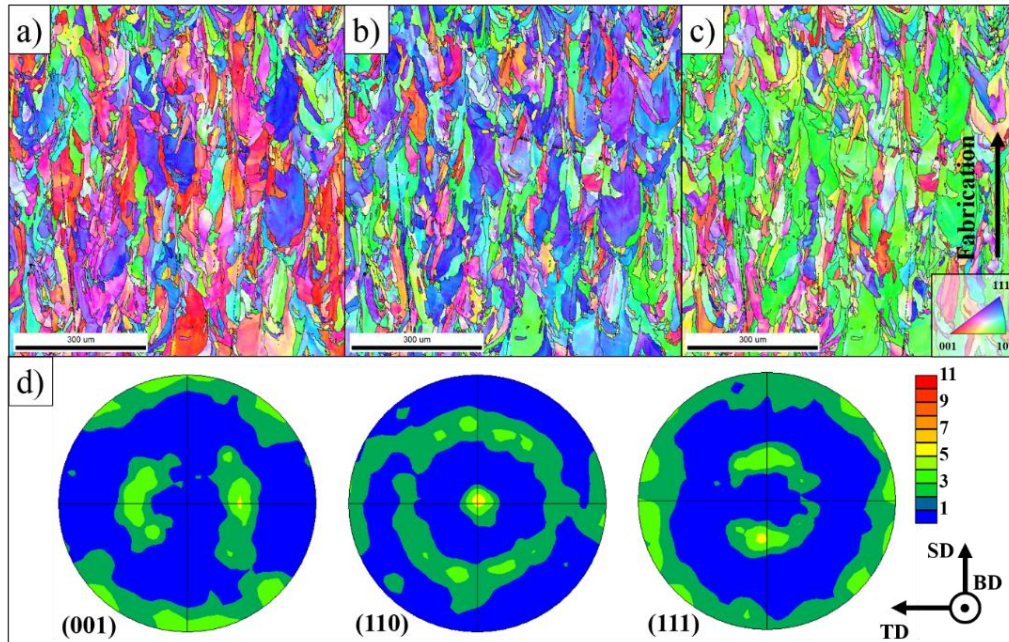


Figure II-45: Cartographies EBSD de l'échantillon de contrôle orientées par rapport à a) SD b) TD c) BD d) Figures de pôles {001}, {110} et {111} de l'échantillon de contrôle pour la même échelle de couleur que la Figure II-38.

La multiplication des orientations permet donc de limiter la texture, sans pour autant l'éliminer complètement. Les échantillons de l'étude en II.3.1 avaient montré des pics de texture faibles, inférieurs à 2. L'épitaxie due au recouvrement plus important des cordons dans l'échantillon de contrôle est à l'origine du pic mesuré Figure II-45.

Désactiver la plage angulaire interdite, pour scanner dans un plus grand nombre de directions et tenter de diminuer la texture et l'anisotropie, serait possible. Toutefois, en raison des problèmes d'interaction laser-vapeur dans les plages angulaires proches de celles du gaz de protection, cela se ferait au détriment de la stabilité des dimensions de cordons donc des recouvrements inter-cordons, et aurait pour effet d'augmenter les manques de fusion.

II.6. Conclusion

En agissant sur les paramètres énergétiques du procédé SLM, il est possible de contrôler à la fois la densité de défauts et la microstructure des pièces fabriquées (voir Figure II-46). Une augmentation de la densité volumique d'énergie fournie par le laser conduit à la réduction du taux de porosité via la disparition des manques de fusion (puissance et vitesses variables, autres paramètres fixes). À partir d'un certain seuil énergétique S1, le matériau est presque totalement densifié, et le taux de manques de fusion est $< 0.01\%$. Les porosités restantes sont très petites, principalement sphériques et réparties de manière homogène dans le volume. Au-delà de cette énergie, la fissuration des échantillons et les pores de *keyhole* aux formes plus sphériques sont susceptibles d'apparaître à un seuil $S2 > S1$. La dimension des grains tend à

augmenter avec la densité volumique d'énergie. Les grains ont des formes très variables aux faibles VED, avec des dimensions moyennes de l'ordre de 50 μm . Ces dimensions augmentent considérablement et atteignent un maximum vers 100 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$, avec des grains colonnaires très allongés, de même orientation cristallographique. À de plus hautes énergies, les grains perdent une partie de leur morphologie colonnaire, mais conservent des dimensions plus importantes qu'au seuil de densification. En dessous de 70 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$, la variation des paramètres de fabrication a peu d'impact sur la microstructure.

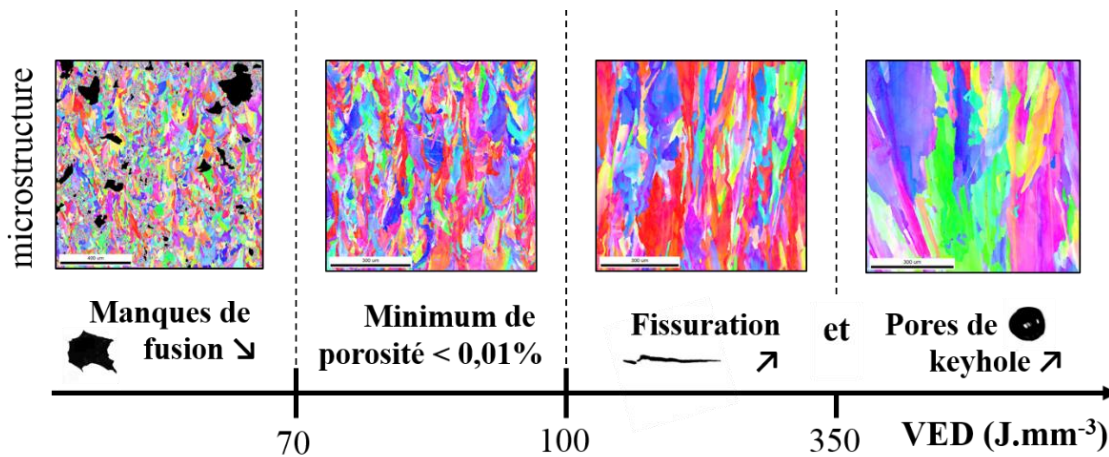


Figure II-46: Évolution de la microstructure, des porosités et de la fissuration avec la densité volumique d'énergie (Tous paramètres fixés sauf puissance laser et vitesse de balayage, voir Tableau II-4 et Tableau II-5)

À partir de paramètres optimisés permettant à l'origine une bonne densification, il est possible de modifier l'écart-vecteur, la vitesse de balayage ou la défocalisation du laser pour influencer le recouvrement des cordons et créer des échantillons aux porosités (manques de fusion) contrôlées (voir schéma Figure II-47) sans modifier la microstructure.

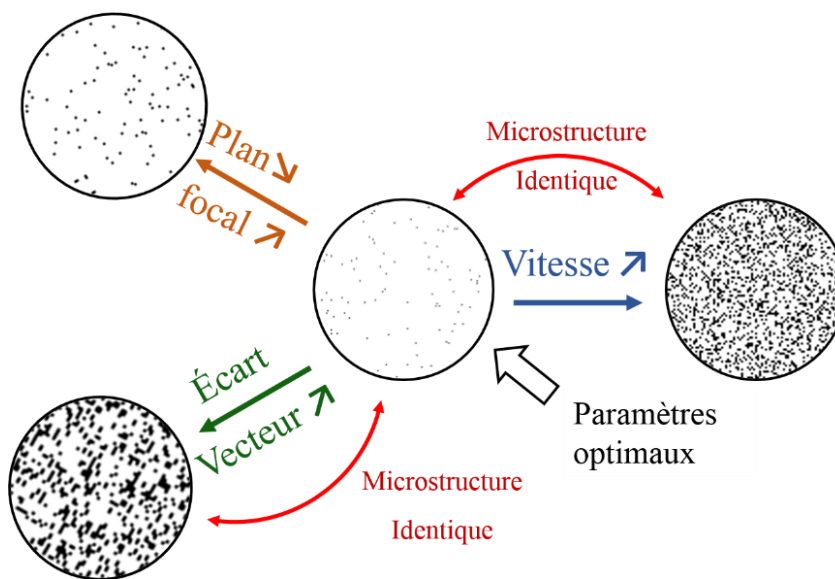


Figure II-47: Évolution schématique des populations de pores avec la dégradation des paramètres de fabrication

Les populations de pores réparties de la manière la plus homogène ont pu être obtenues en augmentant la vitesse de balayage, et s'accompagnent d'une microstructure aux dimensions et à la morphologie identique à celle de pièces denses.

Une population de pores de type *keyhole* spécifiques au mode *delay* a été identifiée. Ces pores sont présents dans les zones de jonction entre les différentes zones de remplissage (en bandes), ou entre le remplissage et le contour. Ils correspondent aux régimes fortement énergétiques en bout de cordon, induits par les faibles vitesses de balayage laser pendant les phases de décélération et accélération des miroirs de la tête scanner. **L'utilisation du mode *skywriting* permet l'élimination des pores de type *keyhole* dans les zones de jonction pour les mêmes conditions de fabrication.**

La microstructure des pièces de la fusion de lit de poudre est liée à la vitesse de solidification et aux gradients thermiques très importants, couplée à une compétition entre la germination hétérogène due au gradient thermique ou à la croissance épitaxiée. Le sens de balayage par rapport à la direction du gaz d'inertage peut avoir un impact important sur les dimensions et formes des cordons, modifiant la texture morphologique et cristallographique des pièces, la taille des grains et donc les propriétés mécaniques (voir Figure II-48).

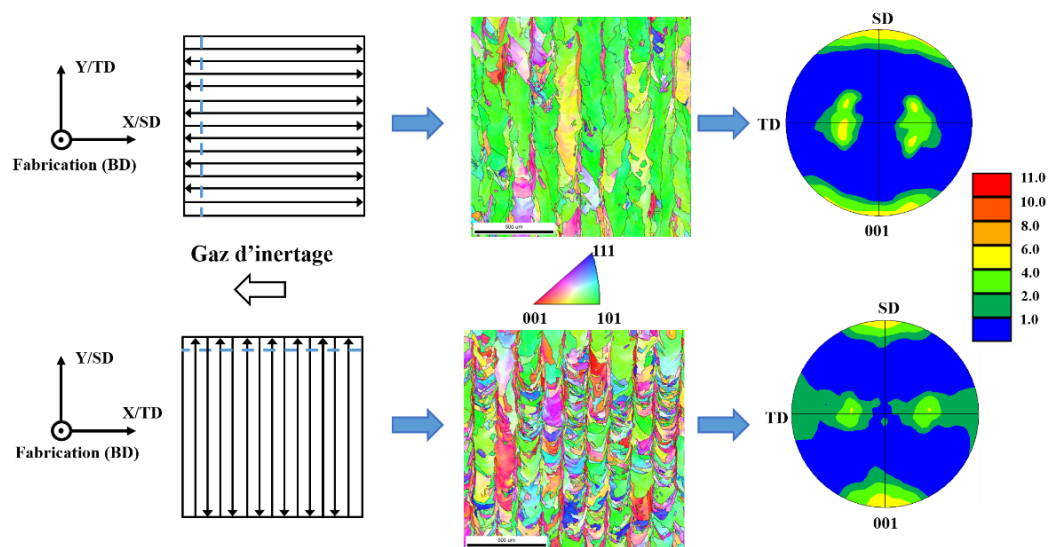


Figure II-48: Impact de la direction de laser par rapport au gaz d'inertage sur la microstructure à iso paramétrage laser

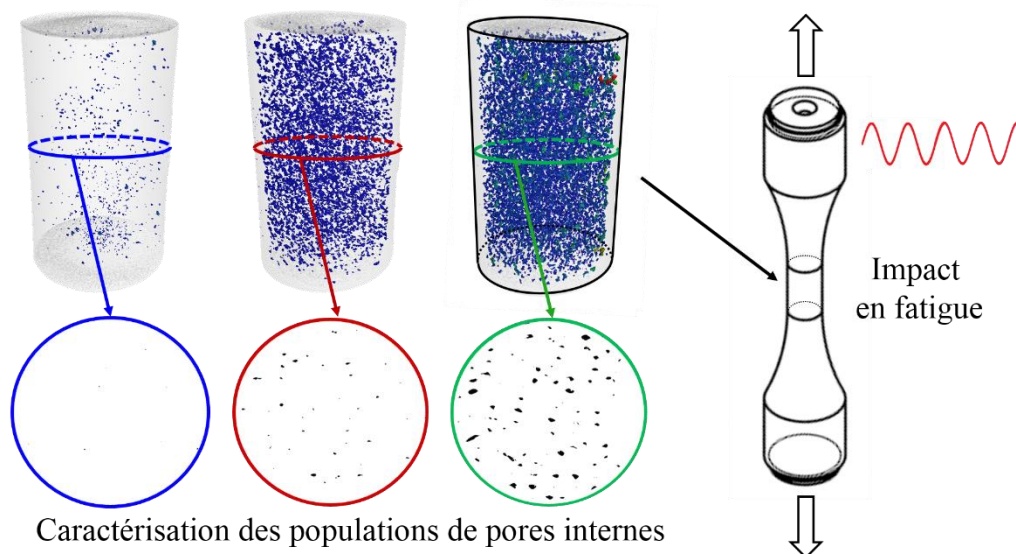
Un balayage laser parallèle à la direction du gaz d'inertage peut favoriser l'interaction entre le laser et la plume de vapeur, et réduire le dépôt d'énergie dans le lit de poudre, nuisant ainsi à la santé matière. Pour pallier ce problème, la solution industrielle est d'éviter les passes laser dans des directions trop proches de celles du gaz d'inertage. La limitation des directions de balayage est cependant susceptible d'induire l'apparition d'une direction de balayage privilégiée, qui renforce une **texture inhérente au procédé**. Cette **texture {110}<001> dite de Goss**, parallèle à la direction de fabrication, reste faible pour les paramètres peu énergétiques optimaux identifiés permettant de minimiser le taux de porosité des pièces.

La dimension des pores obtenus après dégradation de la vitesse de balayage étant du même ordre que celle des grains, nous devrions donc pouvoir quantifier leur influence sur la tenue en fatigue, et la comparer à celle d'échantillons optimisés, pour une microstructure similaire.

CHAPITRE III : IMPACT D'UNE POPULATION STOCHASTIQUE DE DÉFAUTS SUR LA TENUE EN FATIGUE A GRAND NOMBRE DE CYCLES

L'émergence des nouvelles méthodes de fabrication additive métallique attire de plus en plus d'industriels. Cet intérêt croissant s'accompagne de cahiers des charges pour les pièces de FA, hérités de ceux des méthodes de mise en forme conventionnelles. Outre leurs rugosités brutes de fabrication, les pièces issues des procédés de fusion de lit de poudre préoccupent les industriels, du fait des pores présents de manière quasi-systématique dans les pièces finies, et qui sont parfois le premier frein au développement. Le recours au post-traitement HIP pour densifier les pièces n'est pas toujours applicable, car coûteux et pouvant être la source de déformations de la pièce finale. La caractérisation et la qualification des défauts des pièces est donc dans ce cadre un enjeu majeur. La nocivité des pores issus de la fabrication additive sur les performances mécaniques des pièces, et en particulier en fatigue, est au cœur de cette problématique. Il est en effet souvent évoqué que 80 à 90% des ruptures de pièces mécaniques sont issues de la fatigue des matériaux, et que la quasi-totalité des ruptures de fatigue sont liées à la présence de pores, fissures, entailles, rayures, ou inclusions [173].

Ce chapitre propose d'étudier l'influence sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles d'une population de manques de fusion. Une analyse bibliographique portée sur la qualification statistique des défauts issus de la fabrication, et leur influence en fatigue sera d'abord présentée. Une classification des populations de pores sera ensuite conduite en utilisant des méthodes destructives (micrographies, 2D) et non-destructives (tomographie rayons X, 3D), en se basant sur les études paramétriques du chapitre II. Des essais de traction monotone, d'écrouissage cycliques et de fatigue classique seront ensuite conduits sur des éprouvettes dont la santé matière a été optimisée. Ces essais permettront de caractériser en détails le comportement de la microstructure (matrice) du 316 SLM étudié. Enfin, des essais de fatigue seront conduits sur éprouvettes dont la population de défaut à cœur aura été volontairement dégradée. L'influence des populations de défauts précédemment sélectionnées, et plus précisément l'impact de la densité et de la position des défauts sur la tenue en fatigue seront alors quantifiées.



III.1. Éléments bibliographiques

III.1.1. Méthodes de détection non destructives de porosités en fabrication additive métallique

De nombreuses études basées sur les contrôles non destructifs, dont l'intérêt est indéniable dans l'industrie, ont permis de révéler la présence de défauts internes dans les pièces de fusion de lit de poudre par laser et par faisceau d'électrons [214–219]. La méthode d'observation non destructive la plus répandue est la tomographie par rayons X, permettant d'observer l'intérieur et les contours d'un échantillon en trois dimensions, en se basant sur la radiographie X. Le principe de la radiographie X consiste à éclairer un objet par une source de photons de longueur d'onde comprise entre 0.1 et 1000 pm, issue du bombardement d'un matériau par un faisceau d'électrons accélérés, et à cartographier l'intensité transmise. Pour une intensité incidente I_0 , l'intensité transmise I_t par une épaisseur x peut généralement s'exprimer par la loi de Beer-Lambert:

$$I_t [W.m^{-2}] = I_0 e^{-\mu x} \quad \text{Eq. III-1}$$

L'intensité transmise par un objet homogène dépend de son épaisseur et de sa nature. On définit ainsi son coefficient d'absorption μ , tel que :

$$\mu [m^{-1}] = \sum_{i=1}^n N_i \sigma_i \quad \text{Eq. III-2}$$

Avec N_i la densité atomique (m^{-3}) de l'élément i et σ_i sa section efficace (m^2)

Cette expression est conforme à l'expression en Eq. I-2 pour l'absorption d'un rayonnement laser. Un matériau avec un grand numéro atomique va absorber plus de rayonnement qu'un élément léger, et nécessiter une intensité incidente plus importante ou une épaisseur plus faible pour qu'une partie des photons soit transmise. Un défaut poreux pourra donc être révélé par une surintensité du signal transmis. À l'inverse, une inclusion à plus fort numéro atomique va absorber plus de signal. Une fois les photons transmis par le matériau, ceux-ci sont captés par un détecteur composé de diodes (1/pixel), qui vont chacun transmettre un signal proportionnel à la quantité de photons reçu. Le grandissement G est dépendant des distances D entre la source, l'objet et le détecteur, tel que :

$$G = \frac{D_{\text{Source-Détecteur}}}{D_{\text{Source-Objet}}} \quad \text{Eq. III-3}$$

Le grandissement maximal est cependant limité par :

- Les dimensions de l'objet
- La taille du détecteur

La résolution obtenue dépend du grandissement, mais sera à son tour limitée par :

- La taille du foyer (proportionnelle à la puissance incidente)
- La résolution du détecteur

Le principe de la tomographie X est identique à celui de la radiographie, mais nécessite l'acquisition de plusieurs images ou projections obtenues en faisant tourner d'un pas angulaire connu, soit l'objet à observer, soit le couple source-détecteur autour de l'objet (Figure III-1 a)). Une fois toutes les images acquises, le principe de la rétroprojection filtrée est appliqué. Celui-ci est illustré dans le cas de 3 projections unidimensionnelles acquises sur un objet bidimensionnel contenant un pore (blanc) et une partie plus dense (gris foncé) Figure III-1 b)-d). La distribution d'intensité issue de la position 1 est d'abord appliquée dans une surface limitée par les dimensions du détecteur (Figure III-1 c)), pour obtenir une première rétroprojection. Celle-ci est ensuite modulée par les profils 2 et 3 obtenus avec des angles d'acquisition différents Figure III-1 d) e). En procédant de cette manière pour N projections, la structure interne de l'objet peut être reproduite. L'aspect facetté de l'objet reconstitué est éliminé par déconvolution en utilisant une fonction de projection linéaire.

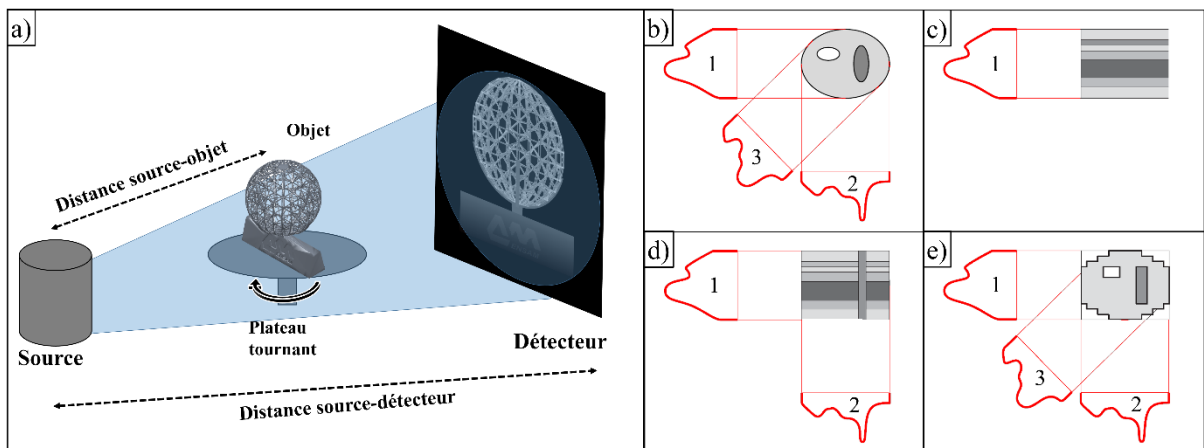


Figure III-1: a) Schématisation d'une acquisition tomographique b) c) d) e) Exemple de reconstruction d'un objet bidimensionnel reconstitué à partir d'acquisitions unidimensionnelles.

Cette méthode permet d'atteindre des résolutions pouvant descendre en général jusqu'à $5 \mu\text{m}$ [216], suffisantes pour observer des défauts de SLM. Des résolutions plus fines peuvent être atteintes dans le cas de l'utilisation de tomographie aux rayons X par synchrotron [220]. La caractérisation en trois dimensions de la porosité permet d'identifier les origines des performances mécaniques des pièces fabriquées en SLM. Voisin [221] montre notamment que des échantillons fabriqués horizontalement montrent un allongement à rupture fortement réduit (Figure III-2), qu'il assimile à la présence accrue de défauts dans le plan perpendiculaire à la sollicitation, et à leur coalescence pendant l'essai mécanique.

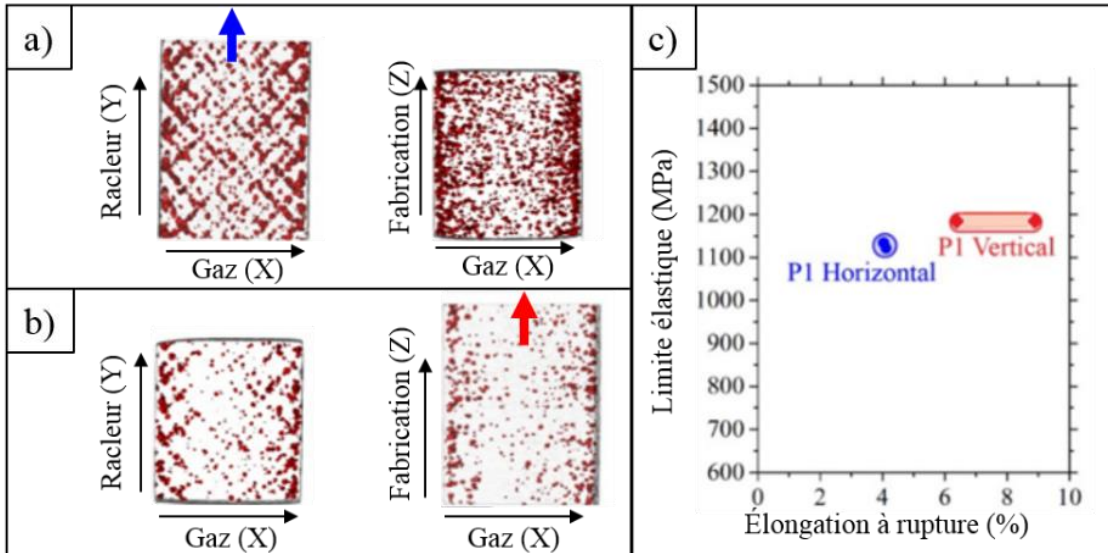


Figure III-2: Distribution de la porosité dans un échantillon cylindrique fabriqué a) Horizontalement b) verticalement. c) Impact du sens de sollicitation sur les performances mécaniques. Adapté de Voisin [221]

Bien que la tomographie aux rayons X soit reconnue comme étant l'une des techniques permettant l'observation directe simple des porosités internes, cette technique est coûteuse, et est généralement appliquée à des pièces finies, car très difficile à intégrer dans un système de fabrication. D'autres techniques moins lourdes permettent une détection *in situ* des défauts. Ces techniques de détection comprennent notamment:

- Les méthodes optiques : outre la visualisation directe d'un défaut en surface dans le domaine visible par traitement d'image direct, il est possible de détecter la présence de défauts subsurface dans l'infrarouge, mis en évidence par des irrégularités thermiques. Bartlett [214] observe que les manques de fusion, ayant une conductivité thermique plus faible que le métal dense, tendent à évacuer la chaleur moins rapidement et peuvent laisser une signature infrarouge (Figure III-3 a) et b)).
- La spectroscopie acoustique résolue spatialement (SRAS) [215,222] consiste à générer une onde acoustique à l'aide d'un laser pulsé. La fréquence de l'onde générée est mesurée en un point par un laser de contrôle, pour en calculer la vitesse, qui peut éventuellement être modifiée par la présence d'un défaut surfacique ou subsurface (Figure III-3 c)). Smith [215] montre une corrélation entre la présence des faibles vitesses de propagation d'onde et la présence de défauts observés à l'optique (Figure III-3 d)).

Ces procédés ne permettent toutefois pas d'obtenir une résolution aussi haute que la tomographie à rayons X, et sont pour le moment réservés à des pièces de géométrie simple. La tomographie X reste le procédé de référence pour observer une population de défauts, et caractériser finement leur taille et leur position.

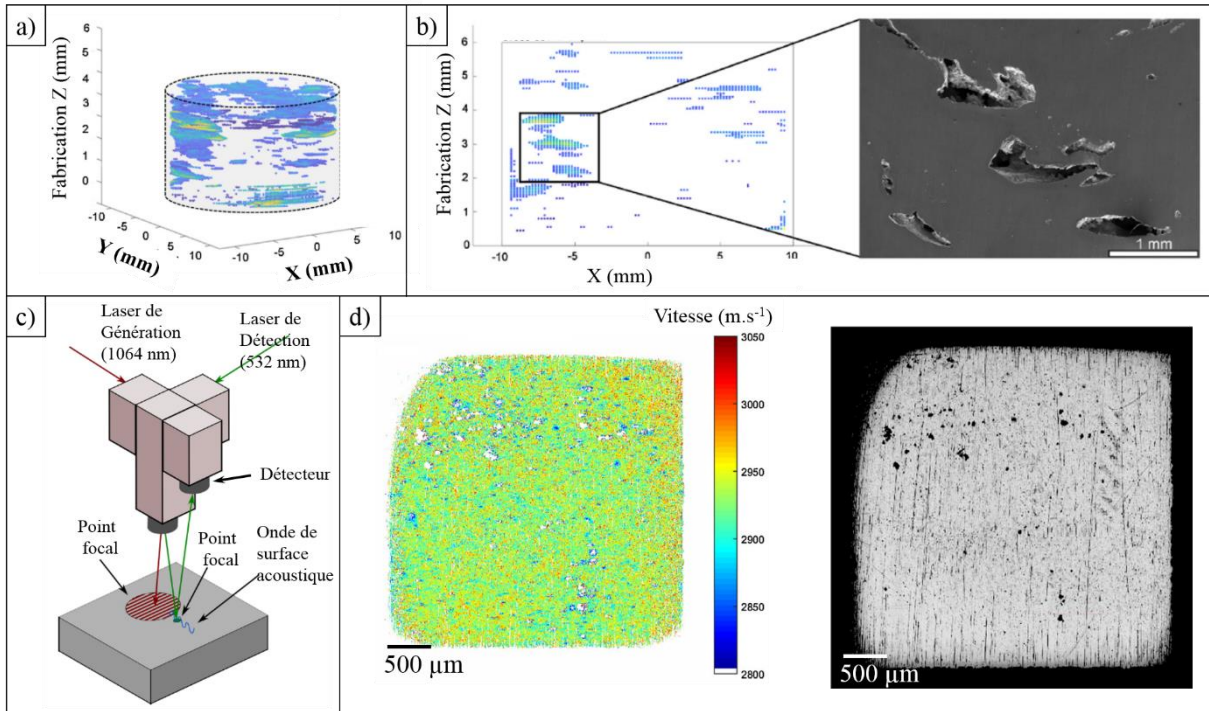


Figure III-3: a) Reconstitution par thermographie de la position tridimensionnelle d'anomalies avec une radiance infrarouge supérieure à la moyenne b) Comparaison d'une coupe du volume reconstituée à une coupe métallographique à la même position. Adapté de Bartlett [214]. c) Schéma de principe du dispositif de détection SRAS d) Comparaison d'un scan SRAS à une observation optique. Adapté de Smith [215].

III.1.2. Tenue en fatigue et population de défauts

III.1.2.1. Description statistique de la population de défauts

Les résultats sur la tenue en fatigue de pièces de FA présentés en I.2.4.6 ont montré une grande variabilité, attribuable à de nombreuses origines : défauts, microstructure, rugosité, traitements thermiques [223]... Parmi ces facteurs, les pores figurent parmi les plus néfastes sur la tenue en fatigue [120,144,224]. Dans la littérature, deux approches différentes permettant de prendre en compte la présence des défauts coexistent. La première consiste à les considérer comme des facteurs de concentration de contraintes. Siddique et Nicoletto [225,226] montrent notamment la faisabilité de mailler les données issues de tomographie X et de conduire des analyses en éléments finis pour prévoir le comportement mécanique du matériau. La difficulté de ce type d'approche réside dans le choix du critère de propagation à l'échelle locale, basé sur les champs mécaniques issus de ces simulations numérique [227]. La deuxième approche, largement popularisée par Murakami [228] depuis les premiers travaux de Kitagawa et Takahashi [172], consiste à considérer les défauts comme des fissures préexistantes.

Il est souvent admis qu'en présence de défauts dictant la tenue en fatigue d'une pièce, le défaut le plus large dans le volume, sera à l'origine de la rupture [173], à la manière d'un maillon faible. L'utilisation des statistiques des extrêmes, visant à estimer la taille probable du plus gros défaut dans un volume donné, supérieur au volume analysé, présente alors un intérêt particulier [229,230]. Romano [231] a notamment montré pour des échantillons de AlSi10Mg fabriqués par SLM qu'il était possible d'obtenir les dimensions maximales de défauts pouvant être présents dans un volume, en extrapolant les données issues d'un scan tomographique

effectué sur un sous-volume plus réduit. En ne considérant que les données issues d'un scan tomographique dans la zone utile de 5 échantillons (volume $5 \cdot V_g$), Romano a pu attribuer une probabilité d'apparition pour chaque taille de défaut de taille supérieure à $150 \mu\text{m}$. En extrapolant la fonction de distribution ainsi obtenue à un volume plus grand ($25 \cdot V_g$) Romano a montré que les 5 plus grands défauts du nouveau volume étaient inclus dans la courbe de confiance à 90 % (Figure III-4 a)). En allant plus loin, il a pu montrer que la fonction de distribution issue de la sélection d'un sous-volume choisi sur les premiers $150 \mu\text{m}$ de surface des échantillons scannés suffisait à englober tous les défauts critiques identifiés en fatigue (Figure III-4 b)).

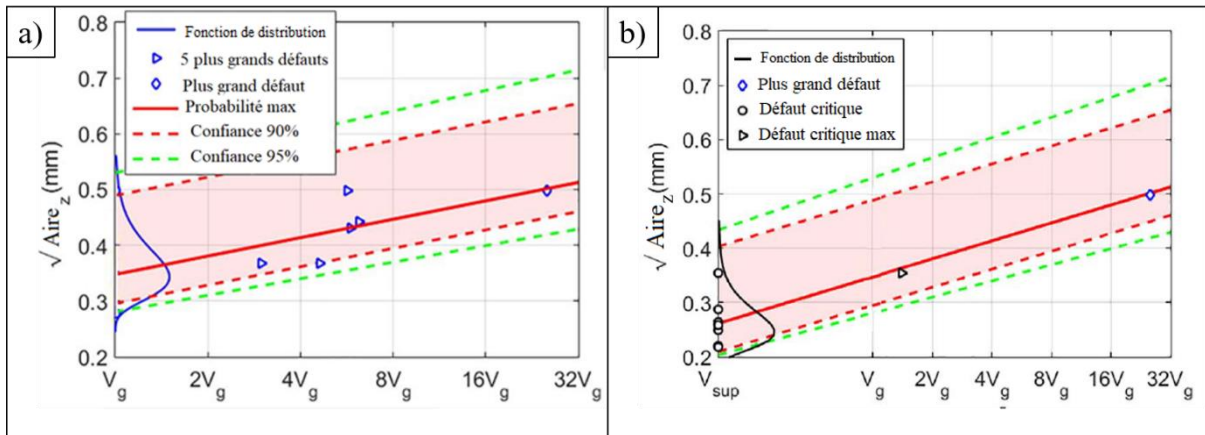


Figure III-4: a) Confrontation de l'estimation probabiliste de la taille de défauts aux défauts de taille maximale dans 5 échantillons b) Confrontation de l'estimation probabiliste de la taille de défauts aux défauts critiques identifiés post-mortem en fatigue. Adapté de Romano [231]

D'autres études réalisées sur du TiAl6V4 en SLM [232] sur les défauts critiques identifiés à partir de métallographies ont permis, grâce à une loi de passage, d'estimer la taille des défauts critiques en fatigue dans le volume des pièces testées. La comparaison avec les défauts critiques observés post-mortem sur les faciès de rupture a montré une bonne corrélation des résultats pour des éprouvettes fabriquées horizontalement et à 45° du plateau de fabrication.

Ce type de démarche peut prendre tout son intérêt dans le cas où des échantillons témoins sont construits en même temps que les pièces utiles. Si le paramétrage SLM est suffisamment bien contrôlé pour générer la même population de défauts dans l'échantillon témoin que dans la pièce utile, la seule observation de l'échantillon témoin au volume réduit suffit à connaître la santé matière de la pièce utile. Ce type de démarche est notamment mentionné dans la norme ASTM [230] ou les standards de qualification de pièces de FA de la NASA [233].

III.1.2.2. Prise en compte de la taille de défaut

L'approximation du défaut à une fissure nécessite l'utilisation d'une dimension caractéristique pour décrire la taille de défaut. L'une des variables les plus souvent utilisées dans la littérature et proposée par Murakami [228] est l'aire du défaut projetée dans le plan perpendiculaire à la contrainte normale maximale. Cette surface correspond également en

traction à l'aire du défaut observable sur le faciès de rupture. Murakami [228] propose une expression du facteur d'intensité de contraintes ΔK basé sur cette grandeur:

$$\Delta K [MPa.m^{1/2}] = C * \Delta\sigma \sqrt{\pi \sqrt{Aire}} \quad Eq. III-4$$

Avec $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$, $C=0.65$ dans le cas d'un défaut de surface, et $C=0.5$ dans le cas d'un défaut interne.

Le choix des valeurs du coefficient C repose sur des analyses par éléments finies pour diverses formes de défaut [234]. Dans le cas d'un défaut sphérique de rayon r, Murakami [173] le considère comme un défaut de surface si :

$$\frac{r}{d} > \frac{4}{5} \quad Eq. III-5$$

Avec d la distance entre son centre et le bord de la pièce.

La taille de défaut considérée est alors $\sqrt{A_{eff_surf}}$, en utilisant toute la surface entre le bord interne du défaut et la surface (Figure III-5 a)). Si ce critère n'est pas vérifié, l'aire considérée est alors A_{eff_int} (Figure III-5 a)). L'interprétation de ce critère dans le cas d'un défaut non sphérique est cependant variable selon les auteurs [235], certains fixant une limite plus permissive, assimilable dans le cas d'un défaut de rayon r, à :

$$\frac{r}{d} > \frac{1}{3} \quad Eq. III-6$$

Pour un défaut connecté avec la surface, on considère l'aire définie par l'intersection du plus petit ellipsoïde contenant le défaut et la limite de la surface (Figure III-5 b)). Si deux défauts surfaciques sont situés à une distance d inférieure à la dimension d_1 du plus petit défaut intersecté avec la surface, alors ces défauts sont considérés comme un seul défaut d'aire A_{eff_surf} (Figure III-5 c)).

Enfin, dans le cas d'un défaut très allongé, de largeur c et de longueur l, la dimension de défaut est $\sqrt{10} * c$ (Figure III-5 c)) si :

$$\frac{l}{c} \geq 10 \quad Eq. III-7$$

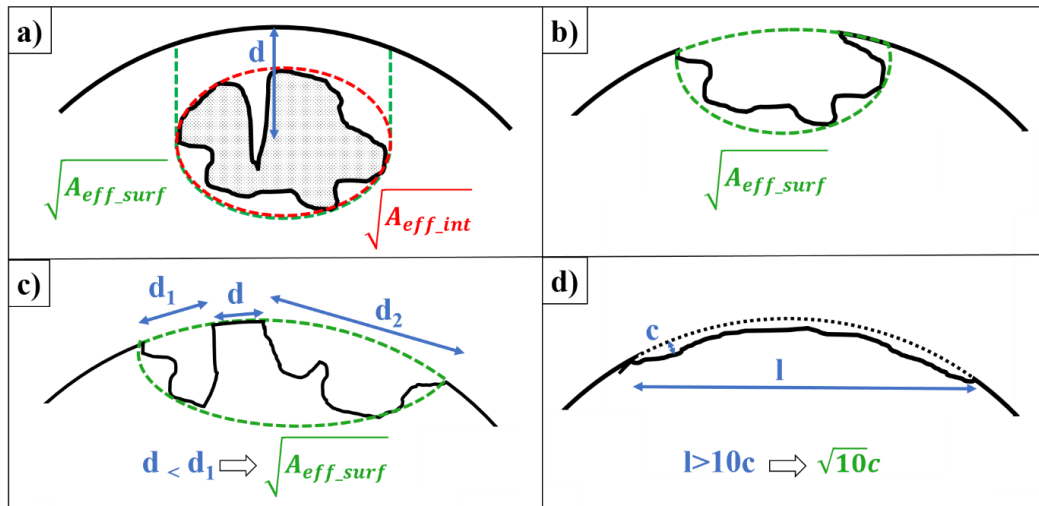


Figure III-5: Définition de la taille équivalente de défaut pour : a) un défaut sub-surface à une distance d du bord b) un défaut surfacique c) deux défauts surfaciques ou internes à une distance d d) un défaut fortement allongé en bord de pièce. D'après Murakami [173]

III.1.2.3. Application des critères et corrélation entre la population de défauts et la tenue en fatigue

Romano [236] a validé l'utilisation du critère de Murakami pour prédire le défaut critique à l'origine de la rupture dans un test de fatigue. Pour cela, trois lots d'éprouvettes de fatigue (P1, P2 et P3) ont été élaborés en AlSi10Mg sur une machine EOS M400. Une analyse tomographique sur chaque lot d'éprouvettes a révélé trois populations de pores différentes. La Figure III-6 a) montre en effet l'évolution de la probabilité d'apparition des défauts identifiée sur une éprouvette de chaque lot. La différence de paramétrage laser, due à l'évolution des paramètres SLM optimisés avec les mises à jour successives du constructeur de la machine, est supposée être à l'origine des différences en distributions de défauts. En effet, les éprouvettes P1 fabriquées en 2015 montrent des défauts dont la $\sqrt{A_{\text{aire}}}$ dépasse 500 μm , tandis que les éprouvettes fabriquées en 2016 et 2017 (lots P2 et P3) ont des défauts de taille maximale plus réduite (260 et 150 μm respectivement). En se basant sur les distributions respectives des 3 échantillons, des défauts de surface représentatifs des populations internes ont été usinés ou réalisés par ablation laser femtoseconde. Des courbes de Wöhler obtenues à $R=-1$ pour les trois lots montrent une corrélation directe entre la tenue en fatigue et la distribution de défauts identifiée dans chaque lot d'éprouvette, avec identification du type de défaut à l'amorçage (Figure III-6 b)).

En utilisant les données tomographiques permettant de connaître la taille et la position de tous les défauts présents dans chaque éprouvette, Romano a pu calculer le facteur d'intensité de contraintes ΔK en appliquant le critère de Murakami Eq. III-4. Une bonne corrélation a pu être montrée entre les défauts critiques identifiés par le critère et les défauts observés post-mortem. Sur un set d'exemple de 5 éprouvettes du lot P1, Romano [236] a montré que les défauts critiques post-mortem figuraient parmi les 2 défauts les plus nocifs identifiés par les données issues de la tomographie X (Figure III-6 c)).

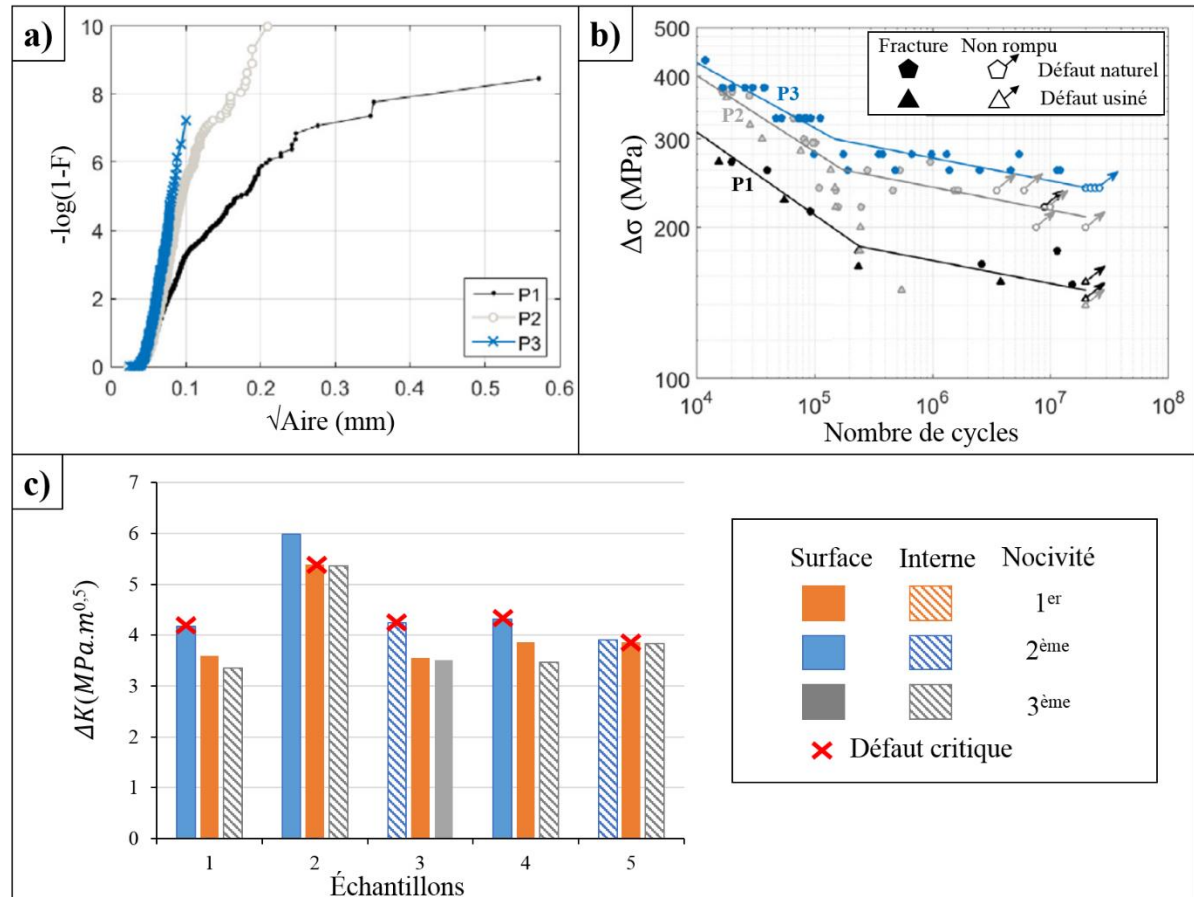


Figure III-6: a) Distribution de défauts, présents dans une éprouvette fabriquée pour trois conditions différentes de fabrication, détectés en tomographie X b) Courbes de Wöhler à $R=-1$ obtenues pour chaque lot d'éprouvettes. c) Comparaison du facteur d'intensité de contraintes mesuré sur le défaut critique de 5 éprouvettes du lot P1. Adapté de Romano [236]

Les études réalisées ont toutes montré une prépondérance de l'amorçage en surface sur la fatigue à grand nombre de cycles des matériaux issus de la FA. Ces résultats concordent notamment avec le critère de Murakami. Dans la suite de ce chapitre, on se propose de vérifier une nouvelle fois la compétition entre les défauts de surface et les défauts internes dans le cas du 316L SLM, pour différentes populations internes de défauts.

III.2. Caractérisation et choix des populations de défauts étudiées

Les résultats de l'étude paramétrique réalisée en II.3.2 ont montré que la vitesse permettait la génération d'une population de défauts avec une large distribution de taille, plus homogène et mieux contrôlable qu'en faisant varier d'autres paramètres comme la défocalisation laser ou l'écart-vecteur. Augmenter la vitesse est aussi un facteur particulièrement intéressant sur le plan industriel, puisqu'elle est directement liée à la productivité du procédé. En effet, le scan laser représente plus de 90 % du temps de fabrication d'une pièce. Accélérer le balayage laser d'un facteur 1.25 permettrait donc, par exemple, en l'absence d'impact mesurable sur la qualité de pièce, de diminuer le temps machine de 12 %.

L'objectif de cette partie est de choisir des paramètres de fabrication permettant de générer des éprouvettes avec des populations de défauts naturels distinctes. Dans ce chapitre, l'accent sera mis sur la caractérisation fine des populations de pores générés lors de l'étude paramétrique réalisée en II.3.2. Pour cela, les statistiques des extrêmes, seront employées pour décrire la distribution de taille des porosités présentes.

III.2.1. Loi de Gumbel

La méthode de discrimination des populations de défauts choisies est la loi de Gumbel [237], très répandue dans la littérature [144,236,238] pour approximer des distributions d'extrema. La fonction de répartition de Gumbel, ou la probabilité cumulée d'une variable x , s'exprime de la manière suivante :

$$F(x, \lambda, \beta) = e^{-e^{-\frac{\lambda-x}{\beta}}} \quad \text{Eq. III-8}$$

Avec λ et β les paramètres de position et d'échelle, respectivement.

La fonction de densité de probabilité s'exprime :

$$f(x, \lambda, \beta) = \frac{e^{-e^{-\frac{\lambda-x}{\beta}}} * e^{-\frac{\lambda-x}{\beta}}}{\beta} \quad \text{Eq. III-9}$$

On définit aussi la variable réduite $g(x)$ correspondant à $-\log(-\log(F(x, \lambda, \beta)))$, soit :

$$g(x, \lambda, \beta) = \frac{x - \lambda}{\beta} \quad \text{Eq. III-10}$$

III.2.2. Caractérisation statistique de la population de défauts des lots étudiés au chapitre II

La variable x ici utilisée est la $\sqrt{\text{Aire}}$ des pores. Pour les décrire statistiquement, les clichés issus de l'analyse en II.3.2 sur les manques de fusions sont utilisés. Pour chaque cliché, l'aire du plus grand défaut est mesurée automatiquement après segmentation. Les dimensions obtenues sont ensuite triées par ordre croissant pour chaque échantillon, et une probabilité cumulée d'apparition P_i est attribuée à chaque valeur x_i . Les paramètres λ et β peuvent alors par exemple être obtenus par la méthode des moindres carrés en cherchant les valeurs minimisant l'écart entre les points $(x_i, -\log(-\log(P_i)))$ et la droite $g(x)$.

Les résultats de la caractérisation de la statistique des extrêmes issu de l'analyse de 60 clichés à grossissement $\times 100$ par échantillon est représentée Figure III-7 a) –c). Pour cette analyse, la surface de chaque cliché (2.4 mm^2) et la zone totale scannée (144 mm^2) sont les mêmes pour tous les échantillons.

L'allure générale de la courbe fittée par rapport aux points expérimentaux Figure III-7 a) ou Figure III-7 c) confirme que la loi de Gumbel permet une bonne description de la population de défauts présente (Exemple : $R^2=0.986$ entre les données expérimentales de l'échantillon K et la droite linéaire de la variable réduite Figure III-7 c)). Les intervalles de taille choisis correspondent à une probabilité de présence de 99 % des défauts sur la surface d'analyse.

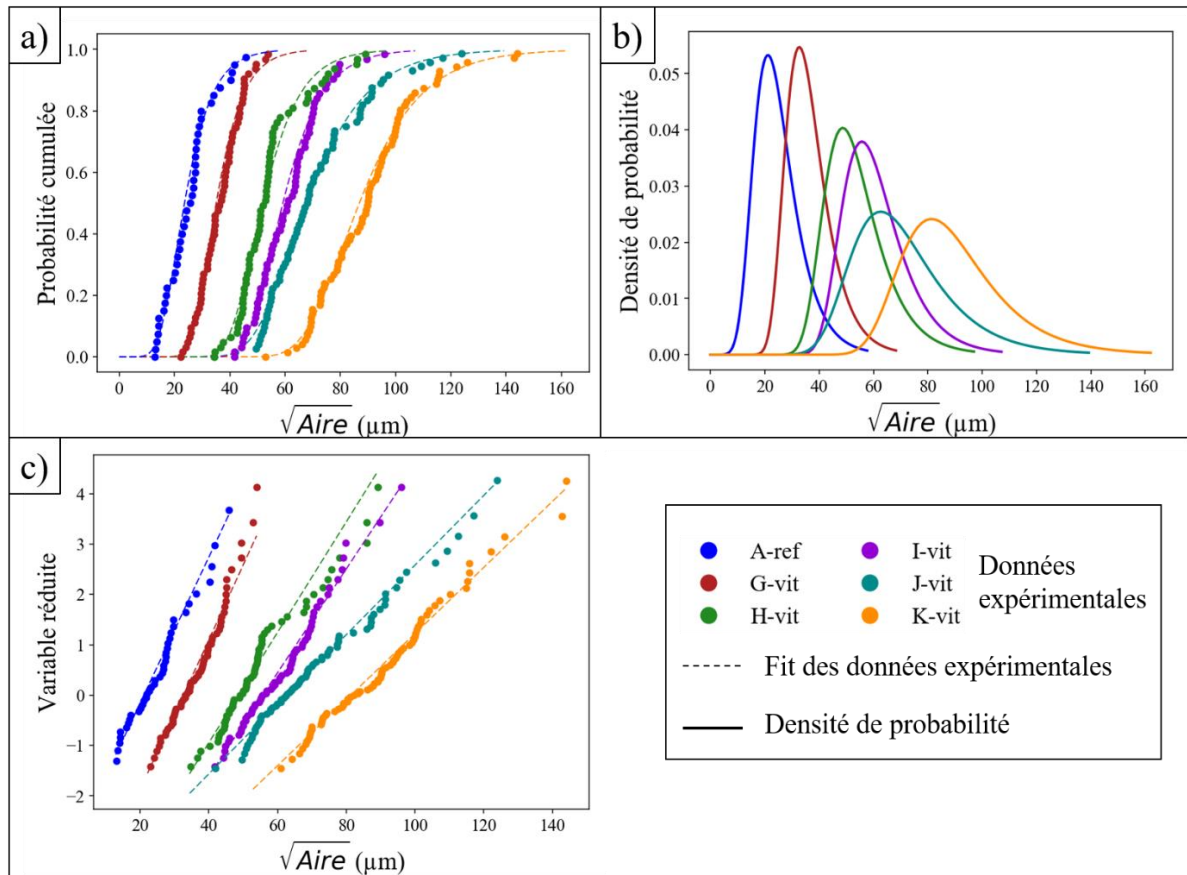


Figure III-7: Application de la loi de Gumbel aux données de l'étude paramétrique sur l'effet de la vitesse en II.3.2 a) Probabilité cumulée, b) Densité de probabilité c) Variable réduite (coupes métallographiques d'échantillons cubiques de $15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$). Surface totale d'analyse par échantillon : $S_m = 144 \text{ mm}^2$ dans le plan XY de fabrication.

Les paramètres de position et d'échelle identifiés Tableau III-1 augmentent avec l'apparition progressive de pores de plus grandes dimensions. Le paramètre de position décrit l'emplacement du pic de la gaussienne de densité de probabilité Figure III-7 b). L'échelle traduit la dispersion des données sur l'intervalle, soit la variabilité des dimensions de pores maximales autour de la valeur au pic. Un plus grand facteur d'échelle va donc aplatir la gaussienne, la courbe de probabilité cumulée ou diminuer la pente la droite de la variable réduite.

| Échantillon | Vitesse (mm.s ⁻¹) | λ Position (μm) | β Échelle | Porosité (%) |
|-------------|-------------------------------|--------------------------------------|-----------------|--------------|
| A-ref | 800 | 27,81 | 7,7 | 0,11±0.01 |
| G-vit | 900 | 32,62 | 6,72 | 0,39±0.03 |
| H-vit | 1000 | 48,62 | 9,12 | 1,19±0.09 |
| I-vit | 1100 | 55,67 | 9,7 | 1,39±0.10 |
| J-vit | 1200 | 62,62 | 14,47 | 2,04±0.15 |
| K-vit | 1300 | 81,34 | 15,24 | 3,53±0.21 |

Tableau III-1: Paramètres de la loi de Gumbel décrivant la statistique des extrêmes de la taille des défauts, pour les lots réalisés à différentes vitesses ($P=200W$, écart vecteur $140 \mu\text{m}$, cf. analyse en II.3.2.1) pour une surface analysée de 144 mm^2

Les analyses conduites permettent de conclure que **les fonctions de distribution de la taille de porosités peuvent être modifiées significativement en modifiant la vitesse de fabrication**. Les facteurs de position et d'échelle augmentent pour des vitesses de balayage plus élevées. Une augmentation de l'ordre de 40 % de la vitesse génère une augmentation de ces paramètres d'un facteur supérieur à 2. Dans la suite de l'étude, nous étudierons l'impact des populations de pores obtenues pour des vitesses de balayage de 800, 1000 et 1100 mm.s⁻¹. Ces trois populations ont été retenues car les distributions de tailles de défauts obtenus sont différentes, et probablement discriminantes en fatigue.

III.2.3. Génération de cylindres et comparaison à un paramétrage optimisé

Pour garantir la représentativité des résultats vis-à-vis des conditions réelles de fabrication des éprouvettes de fatigue, des cylindres de sections identiques à celles des éprouvettes de fatigue (3.5 mm de diamètre et 5 mm de hauteur) utilisées ont été réalisés.

L'étude précédente a donc été répétée pour 3 échantillons cylindriques de 3.5 mm de diamètre et de 30 mm de hauteur, avec les mêmes paramètres que l'échantillon A-ref et 3 vitesses différentes : 800, 1000 et 1100 mm.s⁻¹. Le diamètre du faisceau a été fixé à $90 \mu\text{m}$ en focalisant le faisceau au-dessus du plateau dans le but d'obtenir des défauts même dans la condition à 800 mm.s⁻¹. Les distributions des populations de pores de ces échantillons sont comparées à un échantillon de référence, fabriqué avec le paramétrage laser optimisé « Sky-Inf » (renommé SI) de la partie II.3.3.1, qui présentait un taux de porosité de l'ordre de 0.01%.

Plusieurs coupes métallographiques ont été réalisées dans le plan X-Y de chaque échantillon pour permettre l'acquisition de 60 clichés à grossissement $\times 100$ par échantillon (soit 144 mm^2), et conduire la mesure automatique du défaut de taille maximale à chaque cliché. Après identification de la loi de Gumbel pour chaque échantillon analysé, on observe bien quatre distributions séparées différentes (Figure III-8). L'échantillon SI de référence présente la distribution la plus étroite avec les défauts de plus faible dimension. Les échantillons V800, V1000 et V1100 présentent des paramètres de position et d'échelle croissants avec l'augmentation (dégradation) de la vitesse de balayage.

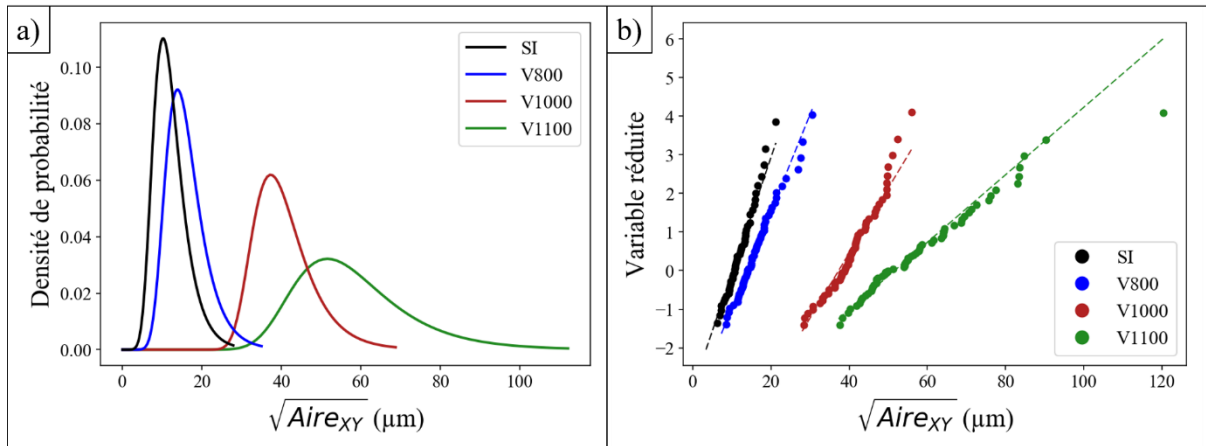


Figure III-8: Application de la loi de Gumbel sur des coupes métallographiques issues d'un échantillon optimisé (SI) et des échantillons cylindriques² fabriqués à 800, 1000 et 1100 mm.s^{-1} avec paramétrage dégradé: a) Courbes de densité de probabilité et b) Variable réduite

La comparaison avec les échantillons cubiques de l'étude précédente montre que les paramètres de position et d'échelle des populations de défauts, pour des vitesses similaires, est systématiquement plus faible pour les échantillons cylindriques fins que pour les cubes (Tableau III-2). Comme il est généralement admis que la dimension maximale des manques de fusion est atteinte dans le plan perpendiculaire à la direction de fabrication [232], un résultat contraire aurait pu être attendu. Il est cependant possible que la réduction des dimensions des défauts soit ici liée aux conditions aux limites de la fabrication. En effet, en raison de la hauteur et du faible diamètre des cylindres, l'évacuation de la chaleur par l'extrémité inférieure du cylindre connectée au plateau de fabrication est faible. La température moyenne pendant la fabrication des cylindres se trouve donc plus élevée que pour les cubes, car la poudre évacue peu la chaleur sur les côtés. On peut donc supposer que les dimensions des cordons peuvent être légèrement supérieures, et retarder l'apparition de manques de fusion avec l'accroissement de la vitesse. Il peut également s'agir d'un biais statistique induit par la géométrie très plate des défauts, qui les rend difficilement « captables » dans le plan XY.

| Vitesse (mm.s^{-1}) | Cube ¹ , plan //Z, faisceau 70 μm | | | Cylindre ² , plan XY, faisceau 90 μm | | |
|-----------------------------------|---|---------|-----------------|--|---------|-----------------|
| | Position (μm) | Échelle | Porosité (%) | Position (μm) | Échelle | Porosité (%) |
| 800 | 27,81 | 7,7 | 0.11±0.1 | 13,85 | 4 | 0.04±0.01 |
| 1000 | 48,62 | 9,12 | 1.19±0.19 | 37,32 | 5,91 | 0.53±0.05 |
| 1100 | 55,67 | 9,7 | 1.39±10 | 51,62 | 11,4 | 1,31±0.17 |

Tableau III-2: Comparaison des paramètres de position et d'échelle pour les échantillons cubiques et cylindriques fabriqués aux mêmes vitesses de balayage laser pour des surfaces analysées en métallographie identiques ($S_m=144 \text{ mm}^2$)

Cette étude préliminaire basée sur des analyses 2D a permis de valider qu'il était bien possible de changer la fonction de distribution de la taille des défauts en jouant sur la vitesse de balayage. Dans la suite de ces travaux, les populations de défauts des éprouvettes fabriquées seront caractérisées par tomographie. La tomographie, contrairement aux cartographies 2D,

¹ : 15*15*15 mm^3

² : 3.5 mm de diamètre, 5 mm de hauteur

présente l'avantage d'être une méthode non destructive permettant de visualiser en 3D les populations de défauts, en surface et à cœur.

III.3. Étude préliminaire : tenue mécanique de pièces élaborées dans des conditions optimisées

La caractérisation de l'influence des défauts sur la limite d'endurance à grand nombre de cycles nécessite la recherche d'une limite mécanique haute de référence, obtenue pour une microstructure similaire mais avec une population de défauts ayant un impact minimal sur la tenue mécanique. Il convient donc, dans un premier temps, de caractériser des éprouvettes avec un paramétrage optimisé (SI, voir II.3.3.1) permettant d'atteindre un taux de porosité minimum, avec des défauts de taille maximale plus petite taille possible.

III.3.1. Caractérisation de la population de défauts pour un paramétrage optimisé

L'analyse métallographique a révélé que les défauts présents dans les pièces fabriquées en utilisant le paramétrage SI ont des dimensions faibles, avec un diamètre apparent maximal de 40 μm (voir Figure III-8). Les défauts sont principalement des soufflures (Figure III-9 a)), ou des défauts irréguliers, semblables à des manques de fusion de petites dimensions (Figure III-9 b)). L'origine précise de ces défauts n'est pas complètement connue. Compte tenu du paramétrage laser, une refonte complète des zones inter-cordons devrait normalement être observée. Ce phénomène, ponctuel et dispersé aléatoirement dans le volume, apparaît inhérent au procédé SLM et semble ne pas pouvoir être supprimé via une simple optimisation des 5 paramètres de fabrication principaux. La qualité de la poudre (porosités, oxydation, hydratation et pureté) ainsi que la qualité de l'inertage et de l'élimination des éjectas pourrait éventuellement permettre de réduire encore la présence de ce type de défauts.

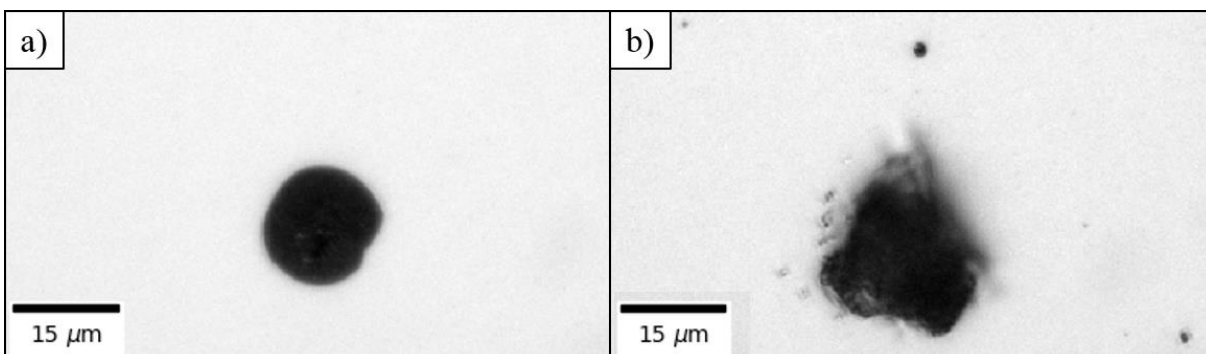


Figure III-9: a) Défauts ronds et b) défaut irrégulier de taille maximale mesurée dans un échantillon fabriqué avec le paramétrage « Sky-inf »

Pour les premières caractérisations 3D de population de défauts, un cylindre de 5 mm de haut a été fabriqué avec les mêmes paramètres optimisés, puis usiné au tour jusqu'à obtenir

un cylindre de 3 mm de diamètre (similaire à celui des futures éprouvettes), après avoir retiré une épaisseur de 1 mm et donc l'intégralité de l'épaisseur de contour. Le cylindre usiné a ensuite été analysé en utilisant le tomographe décrit en Annexe V.4, le montage étant illustré Figure III-10.

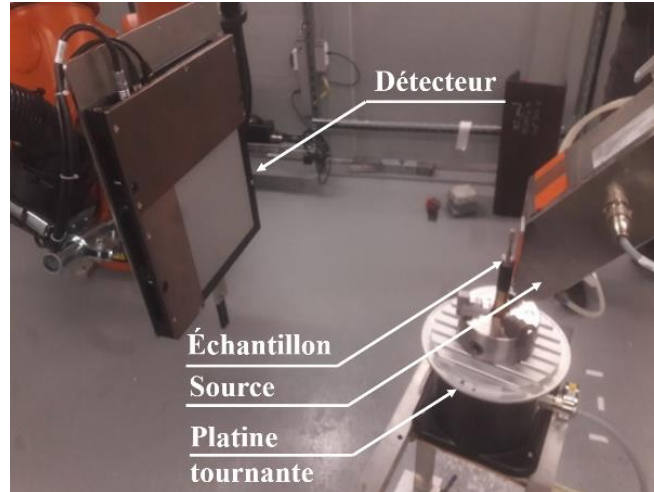


Figure III-10 : Montage d'éprouvette sur le tomographe

Les paramètres d'acquisition sont disponibles Tableau III-3. Compte tenu des distances respectives entre la source, l'échantillon et le détecteur, le grossissement obtenu était d'environ 40, pour une taille de voxel de $5*5*5 \mu\text{m}^3$. Du fait du nombre de pixels du détecteur, chaque cliché tomographique couvrait en théorie une hauteur de 5 mm. Toutes les acquisitions ont ensuite été traitées en utilisant le logiciel *VGStudio Max 3.2*, permettant la reconstruction de la pièce en 3D et l'analyse des pores présents dans le volume.

| Paramètre | Valeur |
|---|---------------|
| Tension (kV) | 160 |
| Courant (μA) | 30 |
| Filtre aluminium (mm) | 2 |
| Nombre de projections | 900 |
| Temps d'exposition par projection (μs) | 1000 |
| Gain (pF) | 1 |
| Distance source-objet (mm) | 15 |
| Distance source-détecteur (mm) | 600 |

Tableau III-3: Paramètres d'acquisition tomographique pour cylindre optimisé

La détection des contours de la pièce et des pores par les algorithmes implémentés dans VG Studio permet l'acquisition d'un grand nombre de grandeurs, telles que le volume, la surface, la position et les dimensions projetées des défauts sur les trois plans principaux : X-Y, X-Z et Y-Z. Les bases de la détection de pores en trois dimensions sont identiques à celles décrites en deux dimensions. L'application est cependant plus complexe, puisque la segmentation est opérée en fonction d'un seuil local et non global, sur niveau de gris en 32 bits,

soit 2^{31} valeurs, déterminé pour chaque pixel en fonction du contraste entre les pixels environnants, avec une connectivité en trois dimensions. L'accès au volume et à la surface peut permettre d'obtenir une estimation de la sphéricité, et la position permet d'obtenir la distance entre le pore et le bord de la pièce. Les pores de tous les échantillons analysés dans ce chapitre ont été segmentés pour les mêmes critères de détection. Pour chaque reconstruction issue d'une acquisition tomographique, toutes les données issues de la détection des pores ont été exportées pour être traitées sous Python. Les pores de volume strictement inférieur à 30 voxels ($\sim 20 \mu\text{m}$ de diamètre équivalent en volume) n'ont pas été pris en compte.

Dans ses travaux, Romano [231] décrit plusieurs approches pour décrire les dimensions de défauts détectés en tomographie, comme utiliser la racine cubique du volume, ou la racine carrée de l'aire projetée sur un plan de référence. D'un point de vue mécanique, le plus judicieux est de choisir l'aire projetée dans le plan perpendiculaire au sens de sollicitation. L'aire qui sera obtenue à partir d'un pore détecté en 3D sera cependant parfois plus importante que celle obtenue par des méthodes 2D comme la métallographie, pour différentes raisons :

- Un pore tortueux de grandes dimensions en 3D peut apparaître comme un cluster de pores en deux dimensions (voir Figure III-11 a)-d)) en fonction de l'emplacement du plan de coupe, ce qui va irrémédiablement réduire sa dimension
- L'aire d'un défaut observé en 2 dimensions (plan de coupe) sera systématiquement inférieure ou égale à l'aire du même défaut 3D projeté sur un plan parallèle. La différence entre l'observation d'un défaut sur un plan de coupe ou projeté est illustrée Figure III-11. Pour le défaut 3D Figure III-11 a), la section obtenue pour les 3 plans de coupe en son barycentre : X-Y, X-Z et Y-Z Figure III-11b)-d) est systématiquement inférieure à celle obtenue après projection sur les mêmes plans Figure III-11 e)-g).

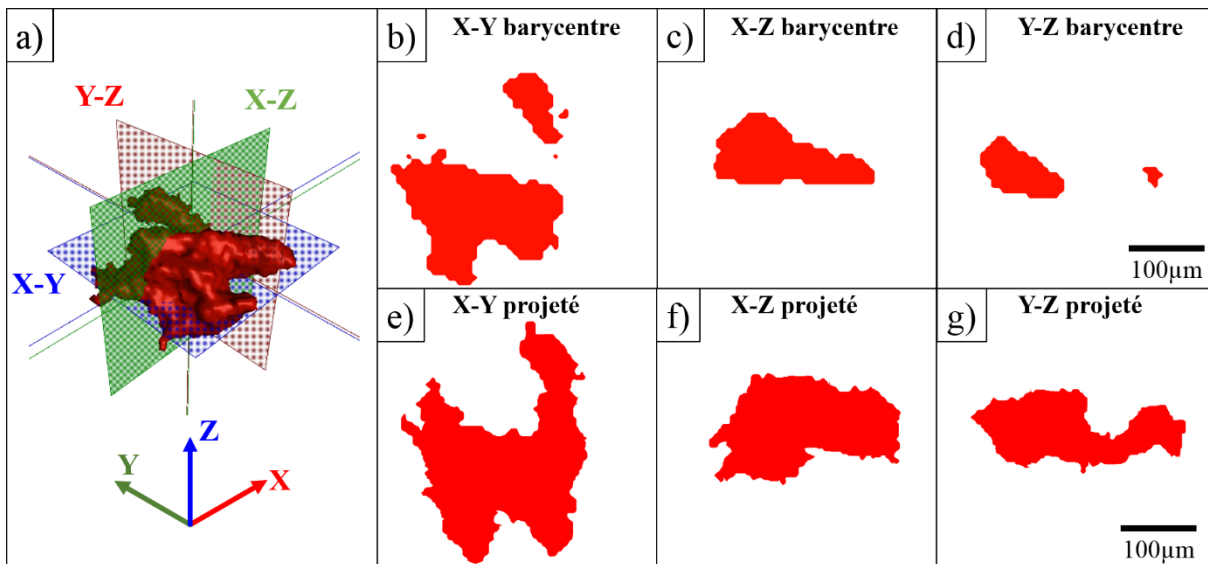


Figure III-11: a) Pore segmenté et en 3 dimensions avec plans de coupe à son barycentre. Observation sur les 3 plans de coupe à son barycentre : b) X-Y c) X-Z d) Y-Z. Observation des projections sur les 3 plans e) X-Y f) X-Z g) Y-Z.

Dans la suite de cette étude, l'aire des défauts mesurée en tomographie sera approximée par l'aire projetée sur le plan X-Y. Dans le cas d'éprouvettes fabriquées verticalement, ce plan correspond aux dimensions maximales des manques de fusion [232]. Cette valeur correspondra donc à la borne haute de la taille des porosités, ce qui permettra de mieux discriminer les

différentes distributions de taille de défauts entre les échantillons. Pour effectuer une analyse statistique similaire à celle conduite pour les métallographies 2D, chaque volume analysé en tomographie a été subdivisé en 30 sous-volumes, chacun d'épaisseur approximative 30 voxels. Dans chaque sous-volume, le défaut possédant la $\sqrt{Aire_{XY}}$ la plus élevée a été inclus dans les données. L'ensemble des données collectées en tomographie en utilisant cette méthode est comparé aux données de la métallographie Figure III-12 en appliquant une loi de probabilité cumulée de Gumbel aux plus grands défauts mesurés sur 60 clichés de métallographie et aux plus grands défauts mesurés dans les 60 sous-volumes mesurés en tomographie.

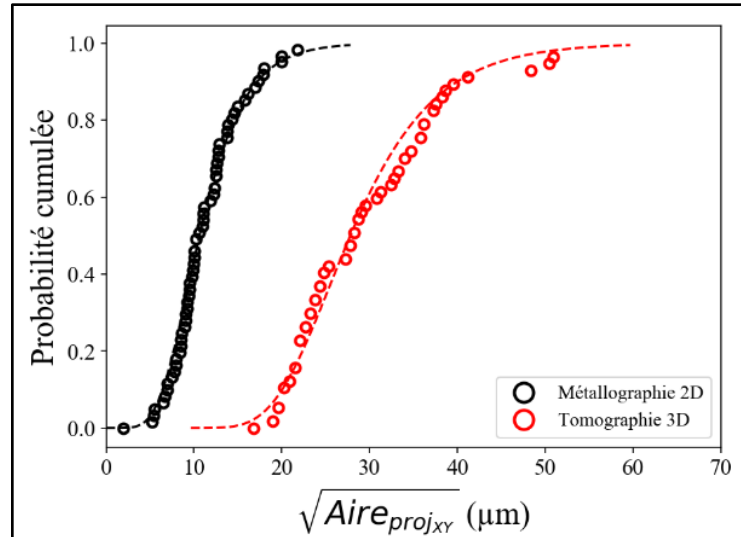


Figure III-12: Comparaison des courbes de probabilité cumulée de la population de défauts interne détectée en métallographie (144 mm² analysés) et en tomographie (35 mm³ analysés)

On remarque, comme attendu, une différence entre les deux distributions. L'applicabilité d'une loi de passage des données 2D (144 mm² analysés) vers les données 3D (35 mm³ analysés) sera discutée ultérieurement pour d'autres populations de défauts. L'analyse tomographique a montré un taux de porosité en volume de 0.0047 %, sans défaut dépassant les 50 μm en \sqrt{Aire} . Ces défauts de 40-50 μm en \sqrt{Aire} sont peu nombreux dans le volume. Le paramétrage « Sky-inf » de remplissage a donc été adopté par la suite pour fabriquer les éprouvettes de référence.

III.3.2. Propriétés monotones et cycliques du 316L SLM optimisé

III.3.2.1. Essais de traction uniaxiale

Les éprouvettes de traction plates¹ ont été fabriquées à partir du plan en Annexe V.9.1 en utilisant les paramètres « Sky-inf » du Tableau II-11. Pour mettre en évidence l'influence du sens de fabrication et l'anisotropie des propriétés mécaniques, deux orientations ont été choisies : verticale et horizontale (Voir A et C Figure I-7). Pour chaque condition, 3 éprouvettes

¹ Dimensions de la zone utile : 4*8*10 mm³

brutes de fabrication ont été testées à une vitesse de déformation imposée de 10^{-3} s^{-1} à l'aide d'une machine Instron 5881 et d'un extensomètre (voir Annexe V.5.1). Un traitement de relaxation des contraintes résiduelles à 350°C sous atmosphère inerte (argon) pendant 2h a été imposé aux éprouvettes avant essai. Le même traitement thermique a été appliqué à toutes les éprouvettes caractérisées dans ce manuscrit, dans le but de réduire les contraintes résiduelles issues de la fabrication ou des étapes d'usinage et polissage. Ce niveau de température permet de préserver la microstructure sans induire de précipitation, et n'est pas suffisant pour fritter la poudre présente dans les pores de manque de fusion. Les résultats obtenus Figure III-13 montrent que les **performances mécaniques en traction monotone du 316L mis en forme par SLM sont supérieures à celles du 316L obtenu via des procédés conventionnels** (Fonderie [239] et laminé [138]).

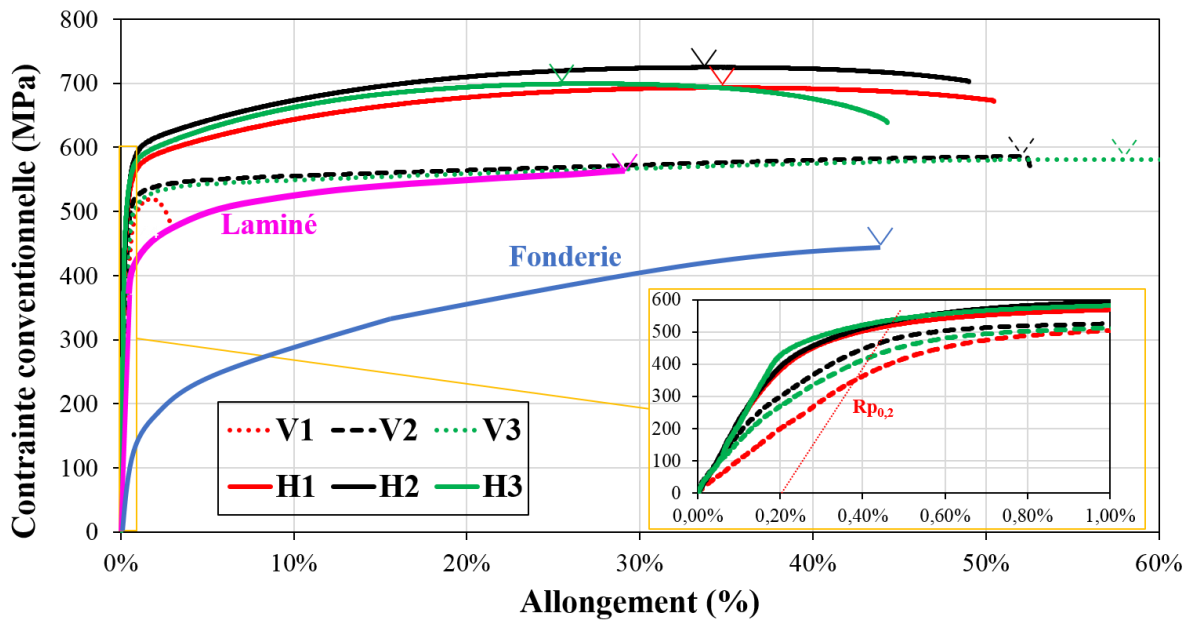


Figure III-13: Courbes de tractions expérimentales (V=vertical, H=Horizontal) comparées aux données de la littérature [138,239].

La limite d'élasticité, en l'absence d'une distinction claire entre le domaine élastique et plastique, a été estimée à 0.2% de déformation ($R_{p0,2}$) en utilisant une même pente, correspondant à un module d'Young de 202 GPa, mesuré précisément sur un essai préliminaire. Les mesures moyennes sont reportées Tableau III-4. L'éprouvette V1 ayant rompu prématurément en sortie du domaine élastique à cause d'un pore débouchant de grande dimension n'a pas été utilisée pour l'estimation des différentes grandeurs.

| Type d'échantillon | $R_{p0,2}$ (MPa) | R_m (MPa) | Allongement (%) |
|--------------------|------------------|--------------|-----------------|
| Horizontal SLM | 539 ± 8 | 706 ± 17 | 32 ± 5 |
| Vertical SLM | 448 ± 32 | 583 ± 37 | 54 ± 4 |
| Laminé [138] | 365 | 555 | 30 |
| Fonderie [239] | 160 | 450 | 43 |

Tableau III-4: Valeurs moyennes en traction comparées à la littérature pour du 316L conventionnel

L'allongement maximal a été mesuré avant striction, considérée à partir de la chute de la contrainte. Il correspond donc ici à la contrainte maximale. Celui-ci est indiqué par une flèche sur chaque courbe Figure III-13. Comme observé en I.2.3.3 dans la littérature, on observe une limite d'élasticité et une contrainte maximale supérieures pour les éprouvettes fabriquées horizontalement. Du fait de l'anisotropie de la sous-microstructure, due à la méthode de fabrication, une quantité de sous-joints de grains plus importante est présente dans le sens de sollicitation, ce qui limite le mouvement des dislocations en traction et renforce la résistance mécanique de l'éprouvette [126]. Globalement, les éprouvettes fabriquées horizontalement s'écroutissent plus. En revanche, l'allongement est plus important (> 50 %) pour les éprouvettes verticales, qui possèdent une microstructure et une sous-microstructure allongées dans le sens de sollicitation. Ces dernières ont un comportement presque parfaitement élastoplastique : la contrainte n'augmente quasiment plus dans le domaine plastique après 1% de déformation. Les niveaux de contrainte mesurés en traction monotone dans les conditions d'essai présentées constituent une limite basse des propriétés pouvant être atteintes en utilisant ce paramétrage laser. En effet, la contrainte locale est logiquement sous-estimée par les concentrations de contraintes liées à la rugosité des surfaces.

III.3.2.2. Essais d'écroutissage cyclique

Pour caractériser le comportement cyclique du 316L SLM, des éprouvettes d'écroutissage cyclique ont été usinées à partir de cylindres fabriqués verticalement en SLM en utilisant les mêmes paramètres de fabrication optimisés. Le même traitement de relaxation des contraintes résiduelles a été effectué à 350°C pendant 2 h sous atmosphère protectrice sur deux éprouvettes. Les éprouvettes ont été testées à déformation imposée et contrôlée par extensométrie entre 0.6 % et 1.4 %, avec une sollicitation sinusoïdale à $R=-1$ à 0.1 Hz. La déformation à 0.8 % a été répétée pour une éprouvette brute d'usinage également traitée thermiquement (noté TTH). L'ensemble des résultats obtenus sont comparés aux résultats de la littérature, et synthétisés Figure III-14.

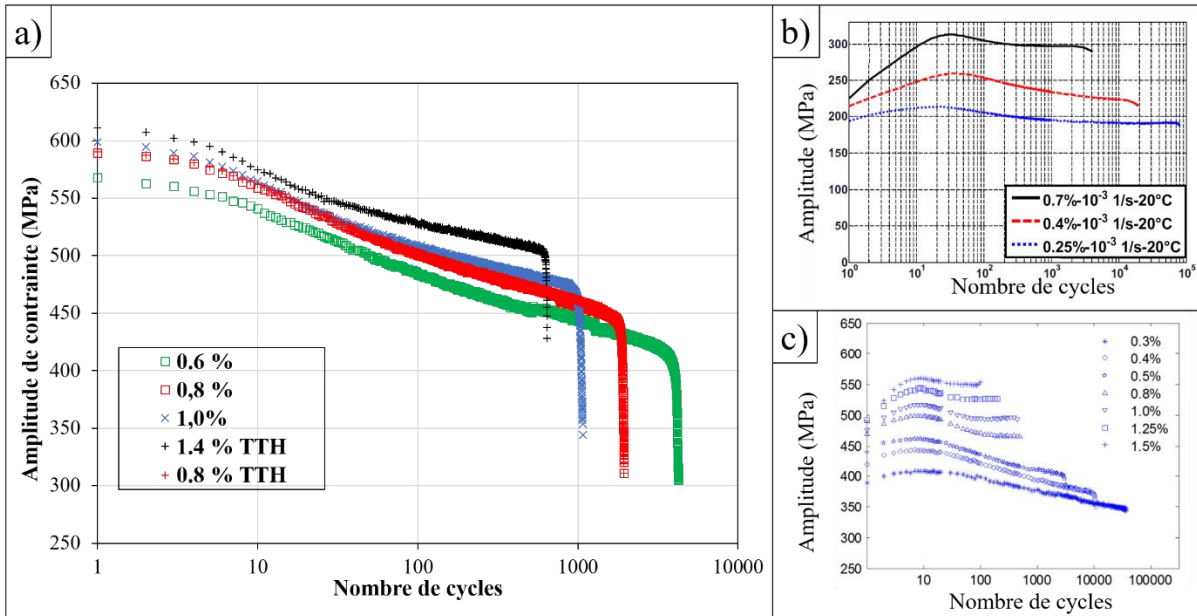


Figure III-14: a) Résultats des essais d'érouissage, amplitude de contrainte crête à crête en fonction de nombre de cycles. b), c) Données de la littérature pour du 316L conventionnel, adapté de Pham et Zhou [240,241].

Contrairement aux tendances de la littérature pour du 316L conventionnel [242–244], on constate (Figure III-14 a)) **l'absence totale d'érouissage pendant les premiers cycles, avec un adoucissement cyclique à tous les niveaux de déformation.** Celui-ci se caractérise par une diminution de l'amplitude de contrainte à chaque cycle. De plus, les niveaux de contrainte atteints au premier cycle de déformation atteignent des niveaux égaux voire supérieurs à la limite à rupture des éprouvettes de traction précédemment caractérisées (Figure III-13). La faible rugosité des éprouvettes, et les conditions de refroidissement plus homogènes sont susceptibles d'avoir contribué à leur bonne tenue mécanique.

Aucune différence n'est observée entre la courbe à 0,8% de déformation imposée pour une éprouvette avec ou sans traitement thermique, les deux mesures étant parfaitement superposées Figure III-14 a). L'absence de différence entre l'éprouvette brute et après TTH peut s'expliquer par la relaxation des contraintes résiduelles par plastification du matériau dès le premier cycle.

Les niveaux d'amplitude de contraintes importants et proches pour les niveaux de déformation testés par rapport à la littérature s'expliquent grâce à la courbe de traction pour éprouvette verticale Figure III-13, où un comportement quasiment élastoplastique était observé, avec une faible augmentation de la contrainte dans le domaine plastique (voir encart entre 0,6 et 1% Figure III-13). Il est possible que le taux de dislocations très important, en partie à l'origine de ses propriétés mécaniques élevées, ne permette plus au matériau de s'érouir car celui-ci est déjà saturé. La recombinaison des dislocations pendant le cyclage conduit alors à un adoucissement. Le même effet est observé pour du 316L conventionnel avec un adoucissement qui apparaît plus tardivement après entre 10 et 100 cycles pour tous les niveaux de déformation (Figure III-14 b) et c). Il peut toutefois être noté que les amplitudes de contraintes au pic pour le matériau laminé restent inférieures à celles obtenues pour le matériau SLM, à niveau de déformation équivalente (voir 0,8 et 1% entre Figure III-14 a) et c)). Cette tendance peut s'expliquer par la finesse de la sous-microstructure du matériau SLM multipliant les espaces intercellulaires (effet Hall-Petch), ou par une capacité plus importante de stockage des dislocations, qui conduit à sa limite d'élasticité élevée.

III.3.3. Essais de fatigue à grand nombre de cycles du 316L SLM optimisé

III.3.3.1. Préparation des éprouvettes et méthode d'essai

Pour éviter la présence de pores éventuels liés au paramétrage du contour, ou dans la zone de transition contour-remplissage, les éprouvettes de fatigue ont été obtenues à partir de blocs fabriqués en SLM puis usinés aux bonnes dimensions. 7 parallélépipèdes rectangles de base carrée 7 mm * 7 mm et 61 mm de hauteur (SI-1 à SI-7) ont donc été fabriqués verticalement en utilisant les paramètres « Sky-inf » Figure III-15 a) et b). Ces parallélépipèdes ont ensuite été usinés au tour pour obtenir des éprouvettes Figure III-15 c), en suivant le plan donné Figure III-15 d). L'utilisation d'éprouvettes de faibles dimensions permet de caractériser plus précisément le comportement du matériau, et permet de disposer d'une plus grande variabilité de mécanismes de rupture. En effet, puisque les défauts de fabrication peuvent être décrits par une approche probabiliste, une éprouvette fabriquée avec de faibles dimensions présente statistiquement moins de chances de présenter une porosité nocive à l'amorçage. En l'absence de pore nocif, il est donc plus aisé de caractériser le comportement intrinsèque de la microstructure de la pièce fabriquée.

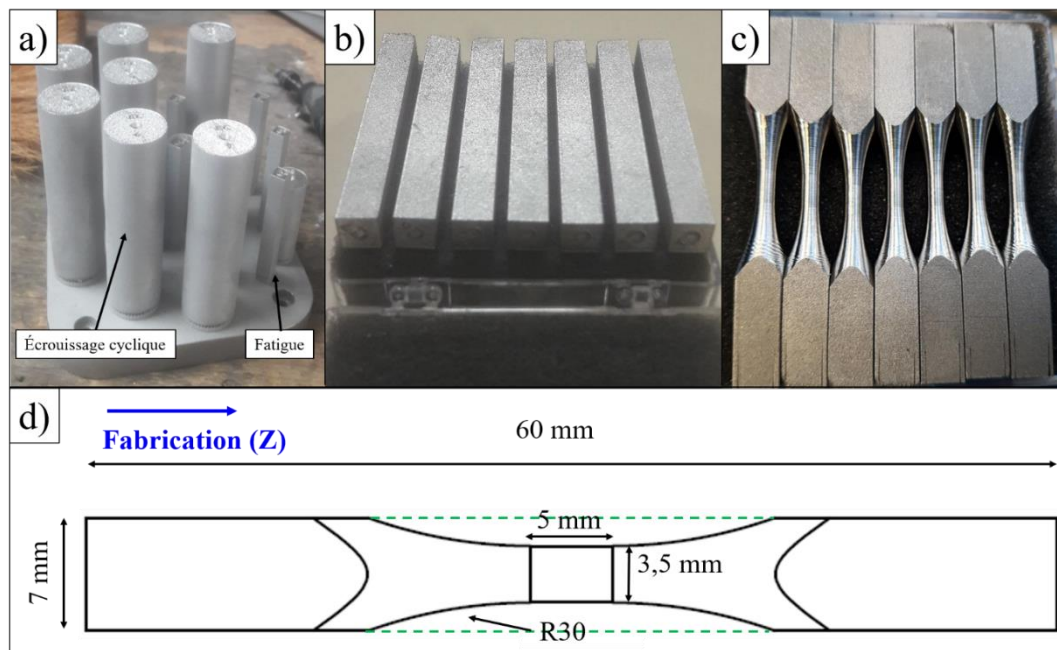


Figure III-15: a) b) Cylindres pour écouissage cyclique et parallélépipèdes bruts de fabrication c) Éprouvettes SI-1 à SI-7 après usinage d) Modèle d'éprouvette fabriqué. Les pointillés verts délimitent les bords du parallélépipède rectangle avant usinage

À l'issue de l'usinage, les éprouvettes ont été polies au tour jusqu'à obtenir un état miroir ($R_a < 0.1 \mu\text{m}$) puis ont subi le même traitement thermique de relaxation que les éprouvettes présentées précédemment.

Les essais de fatigue ont été réalisés sur un vibrophore (Annexe V.5.3) à une fréquence de 65 Hz en traction-traction uniaxiale à $R=0.1$, avec un sens de sollicitation parallèle au sens

de fabrication des éprouvettes. En raison du nombre d'éprouvettes disponibles et de la variabilité du comportement en fatigue du 316L SLM dans la littérature, la réalisation d'une courbe de Wöhler complète pour les lots d'éprouvettes testées n'est pas envisageable. La méthode choisie est le Locati ou cyclage par paliers décrit par Maxwell et Nicholas [245], permettant d'obtenir une estimation de la limite de fatigue pour chaque éprouvette. La contrainte d'essais initiale a été choisie en dessous de la limite de fatigue estimée à $R=0.1$ pour 10^6 cycles. À chaque palier de contrainte, si l'éprouvette ne rompt pas après 10^6 cycles (4 heures), la contrainte maximale est incrémentée d'un pas $\Delta\sigma_{\max}=20$ MPa. L'arrêt d'un test est fixé pour une chute de fréquence de 1 Hz mesurée par le vibrophore, à l'issue duquel la contrainte et le nombre de cycles du dernier palier sont enregistrés. Les éprouvettes non rompues après cette chute de fréquence sont ensuite cyclées de nouveau au même palier pour les rompre complètement, et ainsi pouvoir observer tous les faciès de rupture.

Pour prendre en compte le nombre de cycles dans la limite d'endurance estimée de chaque échantillon, l'expression proposée par Nicholas [246] a été utilisée :

$$\sigma_f = (\sigma_n - \sigma_{n-1}) * \frac{N_f}{N_l} + \sigma_{n-1} \quad \text{Eq. III-11}$$

Avec σ_f étant une estimation de la limite d'endurance à 10^6 cycles, σ_n la contrainte maximale au dernier cycle, σ_{n-1} la contrainte maximale au palier précédent, N_f le nombre de cycles au dernier palier, et N_l le nombre de cycles à chaque palier.

Sauf indication, tous les échantillons ont tenu au moins un palier entier à 10^6 cycles. L'utilisation de cette formule fait l'hypothèse que le dommage induit par les paliers précédents est négligeable. Cela est partiellement vérifié par l'absence de chute de fréquence du vibrophore caractéristique de la fissuration aux paliers précédents avant d'atteindre le palier final.

III.3.3.2. Résultats de fatigue

Les successions de paliers de contrainte imposés pour chaque éprouvette du lot SI pendant le test Locati sont présentés Figure III-16. Mis à part l'échantillon SI-1 ayant rompu au premier palier à 320 MPa, toutes les autres éprouvettes ont rompu après un minimum de trois paliers à des niveaux de contrainte maximale de 460 MPa minimum. Toutes les ruptures des éprouvettes ont eu lieu dans la zone utile. L'ensemble des données expérimentales est disponible en Annexe V.8.1.

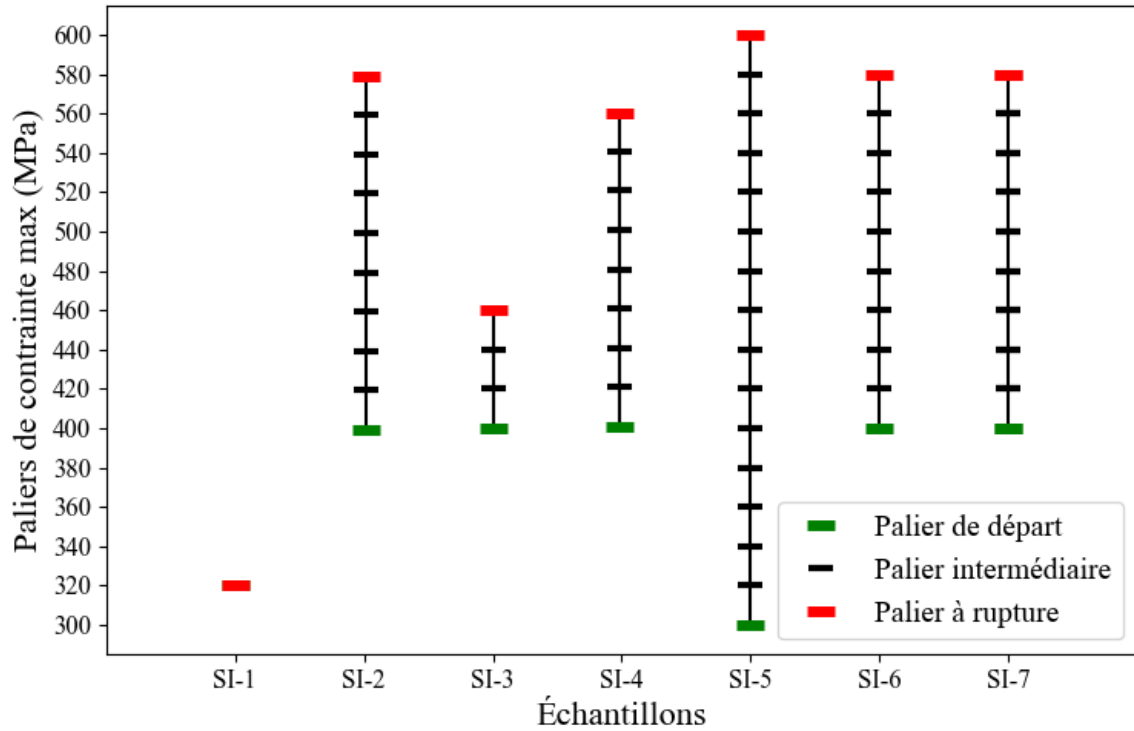


Figure III-16: Paliers de contraintes appliqués par la méthode Locati aux éprouvettes du lot SI

Après application de la formule de Nicholas, les limites de fatigue estimées à 10^6 cycles pour les éprouvettes SI-2, et SI-5 à SI-7 sont comprises entre 552 et 586 MPa. **Ces limites d'endurance sont supérieures aux limites élastiques mesurées en traction monotone**, et de l'ordre de grandeur de la limite à rupture mesurée en traction monotone. Elles apparaissent également nettement **supérieures à la limite haute de limite de fatigue relevée dans la littérature** pour les mêmes conditions de test ($R=0.1$), sur du 316L élaboré par SLM, qui se situent généralement autour de 300-400 MPa [36,144,176]. Il convient d'observer les faciès de rupture afin de tenter d'expliquer pour identifier l'origine de l'importante résistance à la fatigue de ces éprouvettes.

III.3.3.3. Analyse des faciès

III.3.3.3.1. Amorçage sur défaut de surface

Sur les 7 éprouvettes testées, seuls les faciès des éprouvettes SI-1 et SI-3 révèlent la présence d'un défaut critique aux formes irrégulières à l'amorçage. Ces défauts s'apparentent à des manques de fusion et sont de dimensions de 135 et 23 μm respectivement (Figure III-17). La présence d'ondulations à la surface supérieure du défaut de l'échantillon SI-1 (lignes blanches Figure III-17 c)) traduit le fait que le pore s'est formé à la suite d'un recouvrement insuffisant entre un cordon et le matériau solidifié sous-jacent. Compte tenu des bonnes conditions de densification de la matière, un manque de fusion dû à une insuffisance de recouvrement latéral ne pourrait pas atteindre une largeur supérieure à 100 μm . De plus, de telles dimensions n'ont pas été observées dans les analyses pré-test. Ce défaut est donc considéré comme un accident rare de fabrication.

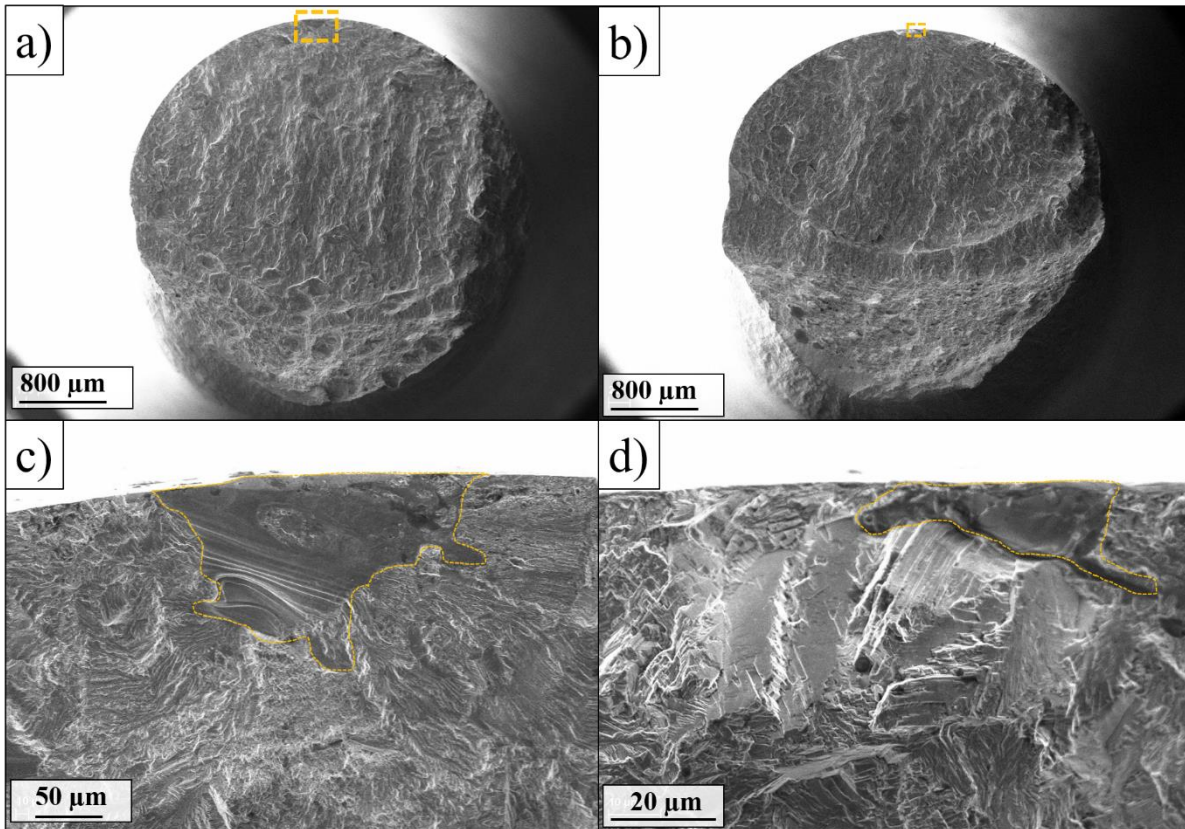


Figure III-17: Faciès de rupture des échantillons a) SI-1 et b) SI-3. c), d) zoom dans les parties encadrées en a) et b) et contour des défauts à l'amorçage

III.3.3.3.2. Amorçage dans la microstructure

Les 5 autres échantillons testés n'ont pas montré de pore critique en surface ou interne à l'amorçage (Figure III-18). On peut donc supposer que l'amorçage de la fissure s'est produit dans un joint de grain ou l'un des nombreux sous-joints de grain, entre les cellules de solidification. En effet, le caractère très anguleux du faciès, dès le bord de l'échantillon, traduit un chemin de fissure « cristallographique » intergranulaire fin. L'échelle de taille des formes géométriques Figure III-18 e) et f) est en effet la même que celle des cellules et des sous grains dans le 316L présentés dans le chapitre I (~1 μm et moins). Des faciès similaires pour le même matériau sont observés par Elangeswaran [25] mais l'absence de défaut à l'amorçage n'est pas abordée dans l'étude. Il est probable que la fissure se propage entre les sous-joints de grains, comme observé par Zhang pour du 316L SLM après HIP, sans pores prédominants à l'amorçage [36]. La Figure III-18 a)-c) montre également des zones de fissuration intragranulaires, mis en évidence par des plans lisses passant par des grains de grande dimension ou des agglomérats de grains aux orientations cristallographiques proches (*supergrain*) [247], possiblement défavorablement orientés. Dans certains cas, comme Figure III-18 b), ces grains peuvent être observés directement dans la zone d'amorçage.

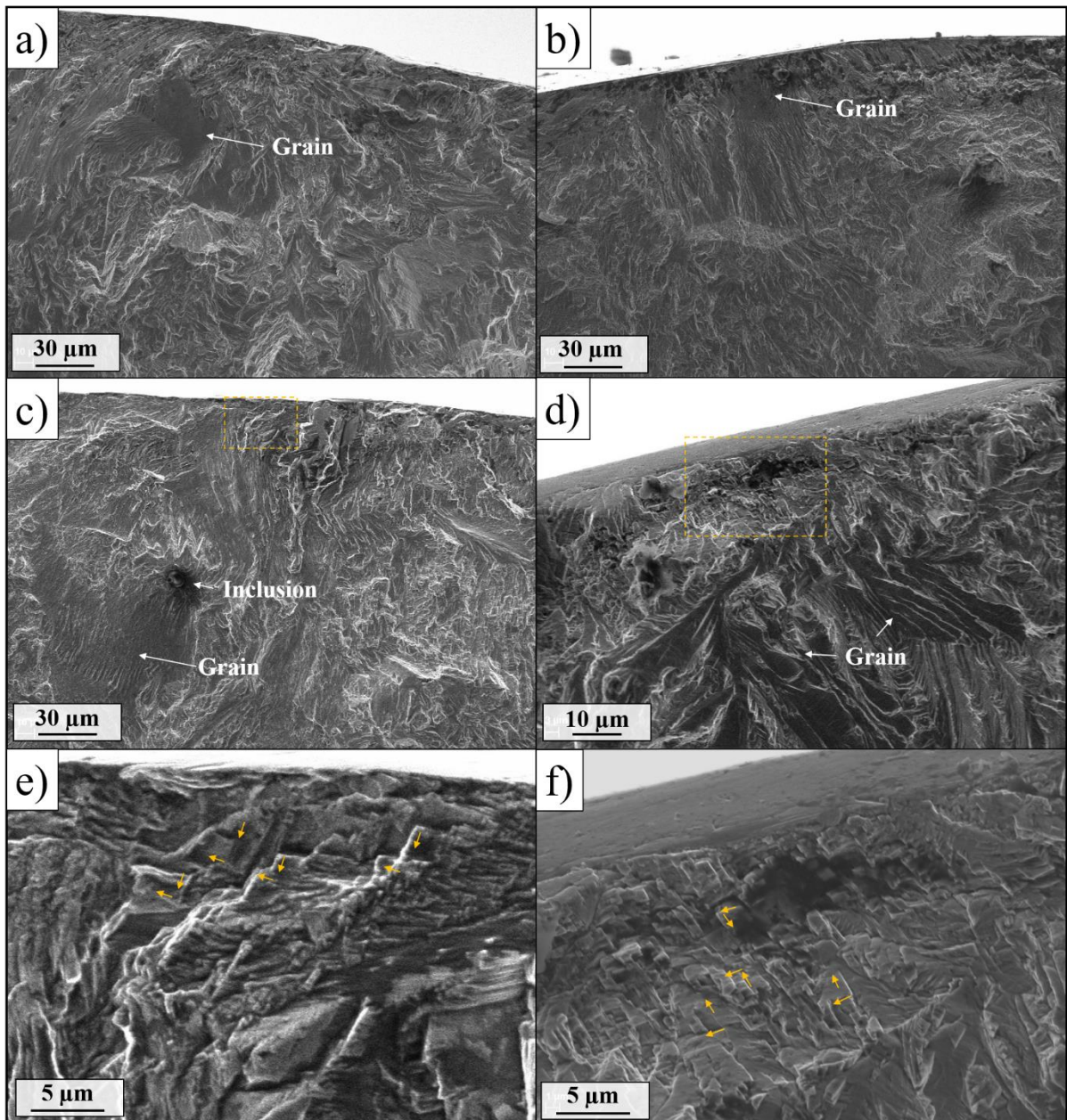


Figure III-18: Zones d'amorçage des échantillons a) SI-6, b) SI-5 c) SI-4 d) SI-7. e), d) zooms sur les zones encadrées en c) et d).

Dans le cas de l'échantillon SI-4, une inclusion d'environ 10 μm de diamètre est observable proche de la zone d'amorçage Figure III-18 c). Bien qu'elle ne soit pas à l'origine de l'amorçage, celle-ci a pu contribuer aux premiers stades de la propagation de fissure, par concentration locale des contraintes. Une analyse EDS (Figure III-19) a révélé la présence de silicium. De telles inclusions proviennent d'impuretés dans la poudre et peuvent affecter les performances mécaniques des pièces [117].

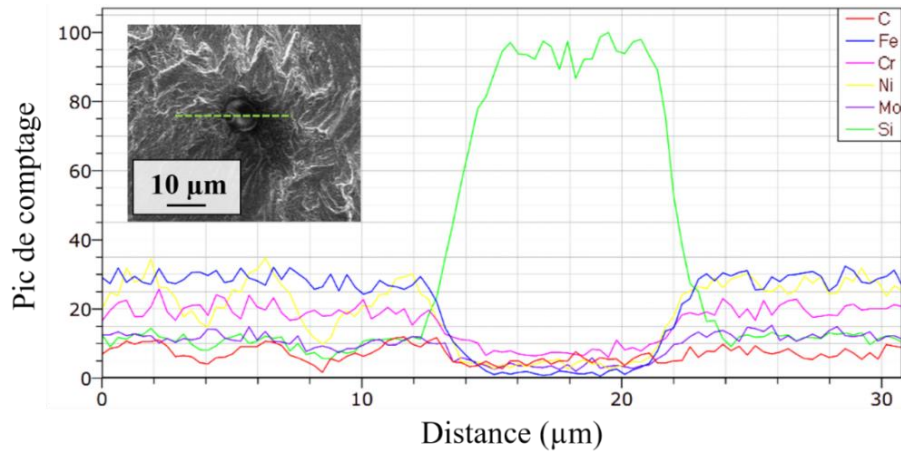


Figure III-19: Analyse EDS linéaire d'une inclusion.

Les propriétés obtenues en fatigue à grand nombre de cycles pour des éprouvettes avec paramétrage optimisés sont représentées en vert (Figure III-20) dans un diagramme de Kitagawa. Pour l'amorçage dans la microstructure, la taille considérée de défaut est ici de $0.5 \mu\text{m}$, ce qui est dans l'ordre de grandeur des dimensions des sous-joints de grains du matériau [70,126]. Le choix précis de la taille correspondante est arbitraire, un amorçage sur un pore de dimension inférieure à quelques micromètres n'ayant pas été observé dans la littérature pour du 316L SLM.

L'utilisation d'éprouvettes de taille réduite, induisant une probabilité plus faible de présence d'un défaut critique, a donc permis d'obtenir des éprouvettes avec un amorçage sans porosité, ce qui permet de caractériser directement la matrice. La limite d'endurance de 550-585 MPa à 10^6 cycles à $R=0.1$ sera donc considérée comme la limite intrinsèque du matériau. En l'absence de défaut (porosité ou inclusion), c'est alors la microstructure qui pilote la tenue en fatigue. Ces résultats sont confrontés à 3 sources de la littérature où un amorçage à partir de la microstructure est observé ou mentionné.

Pour les essais effectués à $R=-1$, leur équivalent à $R=0.1$ a été recalculé en utilisant la relation de Gerber (voir Figure I-48). L'extrapolation des résultats d'Elangeswaran [25] en traction alternée montre une limite d'endurance d'environ 540 MPa en contrainte maximale à $R=0.1$, ce qui représente la limite la plus haute mentionnée pour du 316L SLM dans la littérature à l'heure actuelle. En comparaison, l'amorçage à partir de la microstructure observé pour du 316L conventionnel par Guerchais [248] et converti en $R=0.1$ n'atteint que 440 MPa. On peut supposer que cette différence est principalement liée à la finesse de la microstructure et de la sous-microstructure. Dans le cas de la fatigue à très grand nombre de cycles, pour des niveaux de contraintes plus faibles, l'effet bénéfique de la microstructure SLM pourrait être réduit [120] comparé à l'homogénéité microstructurale et l'absence totale de pores du 316L élaboré par voie conventionnelle. Enfin, des résultats obtenus par Zhang [36] indiquent une limite d'endurance de 390 ± 10 MPa sans mentionner l'exacte origine de l'amorçage. Compte tenu de l'état microstructural du matériau similaire à celui étudié dans ce chapitre, il est supposé que des porosités surfaciques de faibles dimensions soient à l'origine de la limite de fatigue à 10^6 cycles réduite observée par Zhang.

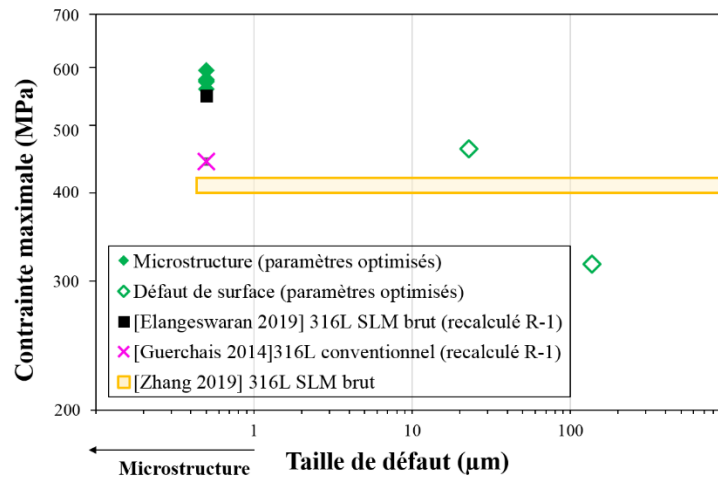


Figure III-20: Diagramme de Kitagawa comparant les essais sur éprouvettes optimisées aux résultats de la littérature.

III.4. Fabrication et caractérisation d'échantillons contenant des populations stochastiques de défauts

III.4.1. Paramétrage laser pour la fabrication

Des éprouvettes de fatigue ont été élaborées avec les mêmes paramètres laser que l'étude décrite précédemment en III.2.3 pour les échantillons cylindriques. 10 éprouvettes ont été fabriquées pour chaque variation de vitesse de balayage. Les paramètres de contour ont été fixés (Tableau III-5) et le plan des éprouvettes fabriquées est le même que celui des éprouvettes optimisées Figure III-15 d). Les paramètres de remplissage et de contour sont optimisés de manière à créer une « coquille » dense identique dans tous les échantillons, en ne faisant varier que leur porosité interne. La valeur négative de la distance du remplissage avec le contour (Tableau III-5) correspond à un recouvrement de 10 µm entre la fin des vecteurs de remplissage et le vecteur de contour.

En les mesurant grâce à un projecteur de profil, les éprouvettes brutes de fabrication ont montré un diamètre effectif de 3.45 mm. La largeur d'un contour étant estimée à environ 120 µm dans nos conditions de fabrication [20], l'épaisseur minimum de matière saine (2 contours) est estimée à 210 µm.

| Paramètre | Valeur |
|-------------------------------------|--------|
| Puissance (W) | 100 |
| Vitesse (mm.s⁻¹) | 500 |
| Diamètre faisceau (µm) | 90 |
| Nombre de contours | 2 |
| Écart-vecteur (µm) | 90 |
| Distance au modèle 3D (µm) | 80 |
| Distance du remplissage (µm) | -10 |

Tableau III-5: Paramètres de contour utilisés pour l'élaboration des éprouvettes (VED de contour : 52 J.mm⁻³, VED de remplissage : 65, 52 et 47 J.mm⁻³ en fonction de la vitesse de balayage)

III.4.2. Préparation des échantillons

Après fabrication (Figure III-21 a)), les éprouvettes fabriquées verticalement ont été polies sur une épaisseur de 55 à 105 μm pour s'affranchir de l'état de surface rugueux. Le polissage manuel a été effectué sur un tour (Figure III-21 b)), en utilisant du papier SiC de grade 240, 400, 800, 1000 et 2000, pour finalement obtenir un état poli miroir ($R_a < 0.1 \mu\text{m}$: Figure III-21 c)). La réduction de section a été prise en compte pour le calcul des contraintes.

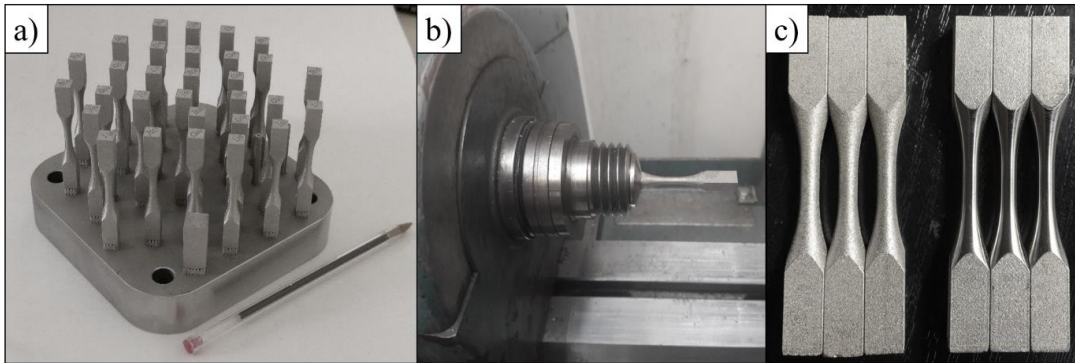


Figure III-21: a) Plateau avec éprouvettes brutes de fabrication b) Éprouvette brute montée sur un tour manuel c) Comparaison brut de fabrication (gauche) et après polissage (droite)

III.4.3. Caractérisation 2D de la position des défauts et de la microstructure

Pour s'assurer de la présence du contour dense après l'étape de polissage, une éprouvette de chaque condition a été observée post-mortem en métallographie Figure III-22. On constate l'absence de pores de dimension notable dans la zone surlignée en jaune correspondant au contour. Une analyse EBSD dans le plan X-Y des mêmes échantillons avec une résolution de $1.5 \mu\text{m}.\text{pixel}^{-1}$ révèle la présence respective du contour et du remplissage, ainsi que la microstructure associée. On constate Figure III-23 a)-c) la présence de grains allongés perpendiculairement au bord de la pièce caractéristiques pour des vitesses de balayage rapides [204], révélant les trajectoires circulaires des passes de contour. Aucune différence de dureté n'a été observée au cœur des 3 lots ($236 \pm 8 \text{ HV}$, 120 mesures). Il est possible que le contour soit légèrement durci par effet Hall-Petch, du fait de la taille réduite des grains ($244 \pm 6 \text{ HV}$, 60 mesures). Étant donné l'écart très faible entre les 2 duretés, cette différence sera considérée négligeable dans la suite de ce travail.

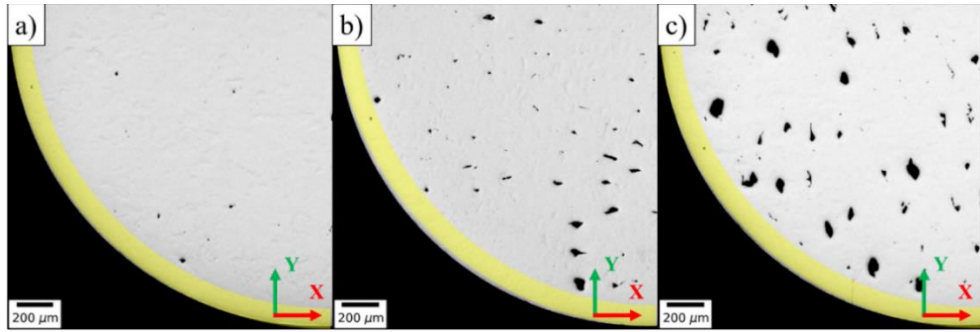


Figure III-22: Coupe métallographique dans le plan X-Y d'une éprouvette du set a) V800 b) V1000 c) V1100

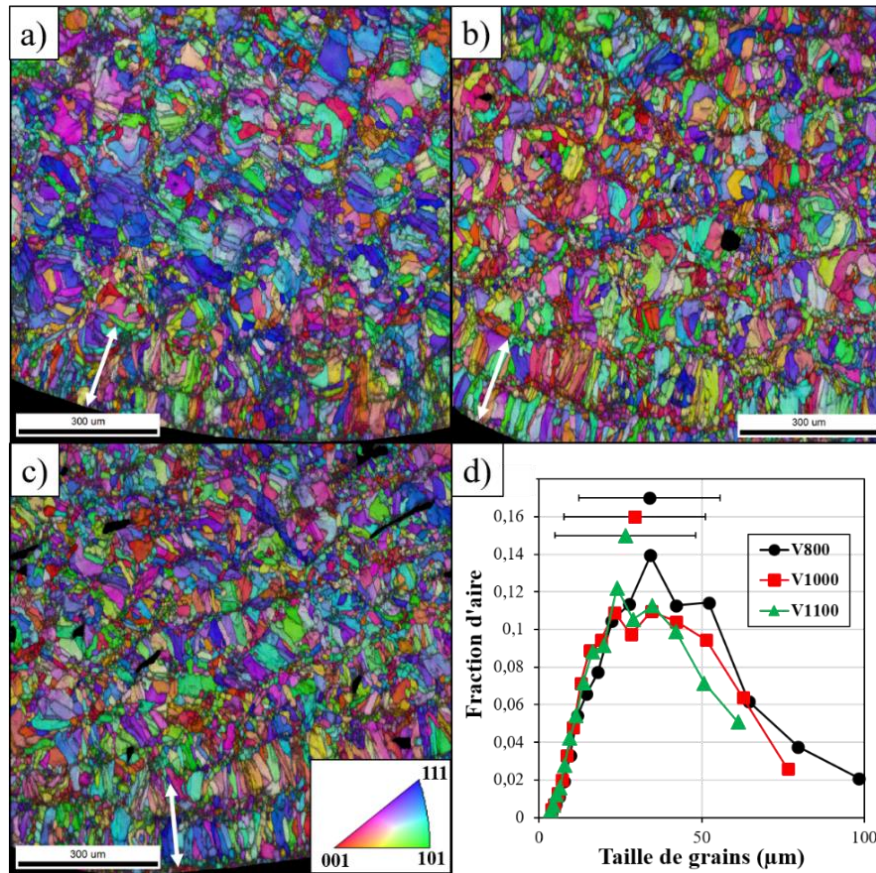


Figure III-23: Analyse EBSD dans le plan X-Y dans la zone utile pour un échantillon du set a) V800, b) V1000, c) V1100 d) Analyse de taille de grains pondérée par l'aire pour les trois échantillons avec taille moyenne et déviation standard.

L'orientation morphologique des grains est moins marquée au cœur des pièces du fait de la stratégie multidirectionnelle du balayage laser employée pour le remplissage. La taille des grains des 3 lots d'échantillons reste relativement similaire : $34 \pm 22 \mu\text{m}$, $29 \pm 18 \mu\text{m}$ et $27 \pm 15 \mu\text{m}$ pour V800, V1000 et V1100 respectivement. Ces dimensions restent également identiques à celles des échantillons optimisés (SI), qui comprennent des grains de $34 \pm 18 \mu\text{m}$. Dans la suite de cette étude, la taille de grains sera donc considérée similaire pour tous les échantillons.

III.4.4. Caractérisation 3D de la population de défauts

III.4.4.1. Tomographie aux rayons X des éprouvettes de fatigue

Les 30 éprouvettes de fatigue polies ont toutes été observées individuellement en tomographie X (montage identique à Figure III-10) avec le tomographe décrit en V.4. Les paramètres d'acquisition sont disponibles Tableau III-6.

| Paramètre | Valeur |
|--|--------|
| Tension (kV) | 160 |
| Courant (µA) | 30 |
| Filtre aluminium (mm) | 2 |
| Nombre de projections | 900 |
| Temps d'exposition par projection (µs) | 1000 |
| Gain (pF) | 1 |
| Distance source-objet (mm) | 16 |
| Distance source-détecteur (mm) | 500 |

Tableau III-6: Paramètres d'acquisition tomographique des éprouvettes de fatigue

Le grossissement obtenu d'environ 31 a permis d'obtenir une taille de voxel d'environ $6.4 \times 6.4 \times 6.4 \mu\text{m}^3$. Chaque cliché était donc acquis sur une hauteur de 6.5 mm environ, suffisant pour observer la zone utile de chaque éprouvette sur toute sa hauteur (5 mm). La Figure III-24 a) - c) montre trois éprouvettes après reconstruction tomographique et détection des pores.

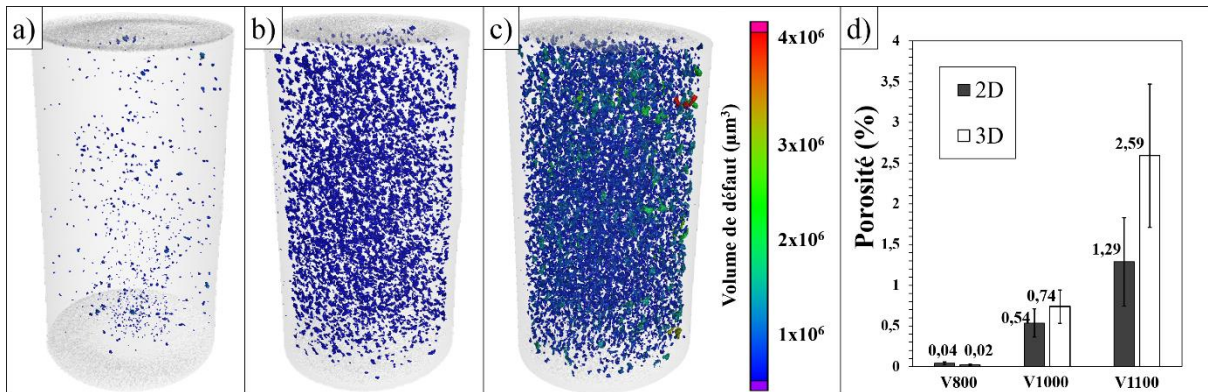


Figure III-24: Visualisation des pores après reconstruction tomographique et seuillage pour les échantillons a) V800-7, b) V1000-5, c) V1100-2. Couleur des pores normalisée par rapport au plus grand volume de défaut mesuré dans V1100-2. d) Taux de porosité moyen mesuré en volume (tomographie) et en aire (métallographie) pour les 3 lots.

Le taux de porosité est bien croissant avec la vitesse de fabrication, avec une augmentation du nombre et de la taille des pores, identique à la tendance observable en métallographie (Figure III-24 d). En se basant sur des données de la littérature [144], il n'est pas attendu que les taux de porosité moyens des différents lots (de 0.02 % à 2 % en moyenne) soient assez significatifs pour avoir un impact notable sur la limite d'élasticité ou la résistance maximale à la traction des échantillons.

III.4.4.2. Distribution en taille des pores

Comme dans l'étude précédente, les données issues de la détection des pores ont été exportées sous Python, en filtrant les pores de volume inférieur à 25 voxels ($\sim 22 \mu\text{m}$ de diamètre équivalent en volume). De la même manière que pour les cylindres optimisés, chaque zone utile analysée (43 mm^3) a été sectionnée en 30 sous volumes (1.4 mm^3 chacun environ) et le pore possédant la plus grande $\sqrt{\text{Aire}_{XY}}$ a été ajouté dans le lot de données. Le graphe Figure III-25 décrit l'évolution de la variable réduite issue des dimensions des pores de plus grande aire détectées dans chaque sous-volume de chaque échantillon. Comme pour l'analyse 2D, la distribution suit bien une loi de Gumbel (distribution linéaire) pour la majorité des échantillons, et les lots V800, V1000 et V1100 montrent des distributions nettement séparées. Un décrochage important est observable pour les échantillons V1100-4 et V1100-6, avec des pores atteignant des dimensions dans le plan X-Y de 500 et 890 μm respectivement. Tous les échantillons présentent des populations de défauts plus larges et étendues que l'échantillon de référence (SI) dont la distribution est représentée en noir Figure III-25.

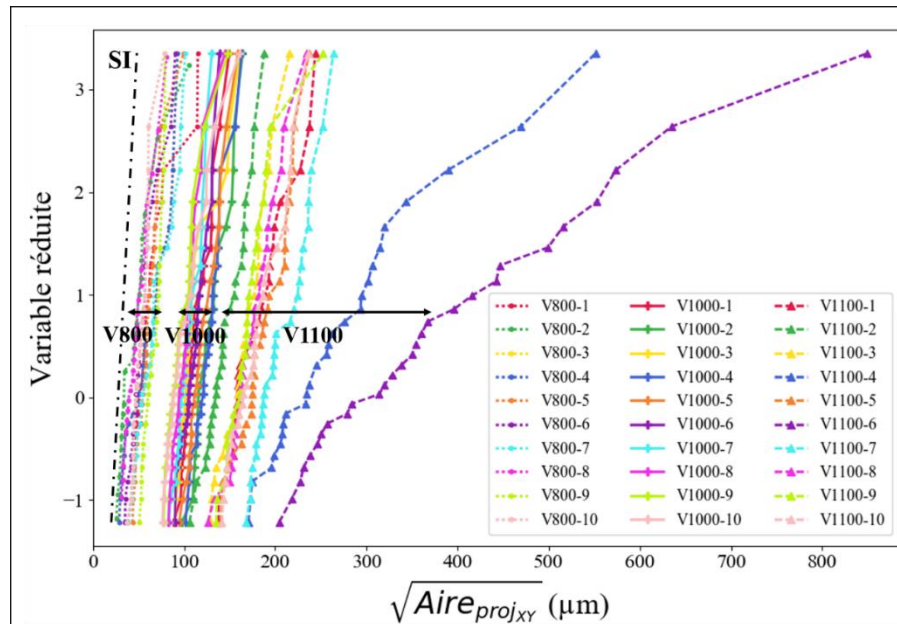


Figure III-25: Distribution statistique des défauts mesurés en tomographie X et tracés avec la variable réduite pour tous les échantillons, comparaison avec la distribution d'un échantillon optimisé.

La Figure III-26 a été tracée avec les données de toutes les éprouvettes. L'évolution de la variable réduite reste linéaire pour les échantillons pour des défauts de taille inférieure à 250 μm , mais un décrochage important apparaît pour le lot V1100, qui montre une distribution double. Pour les dimensions inférieures à 250 μm , la courbe décrit la probabilité d'apparition des défauts. Au-delà de ces dimensions, la probabilité accrue de connexion des défauts change l'évolution de leur distribution en taille. À partir de 250 μm , les manques de fusion se connectent, et forment progressivement un réseau de défauts entre les couches et les cordons, ce qui change la relation entre la taille de défaut et leur probabilité d'apparition.

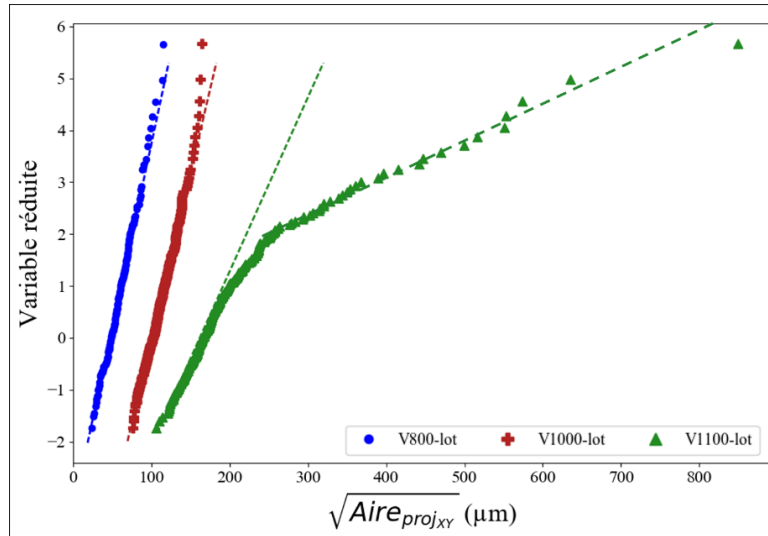


Figure III-26: Distribution statistique des défauts mesurés en tomographie X tracé avec la variable réduite pour la combinaison de tous les échantillons de chaque lot, avec tracé des paramètres de position et d'échelle identifiés

III.4.4.3. Correspondance des statistiques obtenues en 2D et 3D

La comparaison des distributions issues des analyses 2D et 3D, notamment via le tracé de la variable réduite (Figure III-8 b et Figure III-26) montre un décalage important entre les tailles de défauts, pour un paramétrage laser similaire. Les distributions issues de l'analyse métallographique décrivent en effet des distributions 2 à 4 fois plus petites que celles obtenues par analyse tomographique (voir la comparaison des courbes « 2D » et « 3D lot » Figure III-27). Outre les valeurs plus importantes pouvant être attribuées au caractère 3D de la détection des défauts, la différence entre les volumes analysés peut aussi expliquer en partie l'écart des distributions. Comme montré avec les travaux de Romano [231] pour la corrélation de données statistiques issues de volumes d'analyse différents, le « volume équivalent » à l'analyse métallographique étant largement inférieur au volume analysé en tomographie, une loi de passage est nécessaire pour comparer les lots de données. Les travaux de Makkonen [249] utilisés par plusieurs auteurs [232,250] consistent à recalculer un paramètre de position de la loi de Gumbel λ' en fonction du volume, tel que :

$$\lambda' = \lambda + \beta \ln \left(\frac{V_t}{V_m} \right) \quad \text{Eq. III-12}$$

Avec β le paramètre d'échelle de la loi de Gumbel, V_t le volume équivalent à l'analyse tomographique, et V_m le volume analysé par métallographie.

Le volume équivalent à l'analyse métallographique est déterminé par le produit de la taille du plus grand défaut mesuré et de la surface d'analyse totale S_m , tel que :

$$V_m = \max(\sqrt{Aire}) * S_m \quad \text{Eq. III-13}$$

D'autres approches dérivées des travaux de Uemura et Murakami [251] par Romano considèrent la taille de défaut moyenne [252]. Dans le cas du lot V1000, le rapport V_t/V_m est égal à $424/8e^{-3}$ pour un défaut de taille maximale de $56 \mu\text{m}$ mesuré en métallographie, soit plus de 50 000. Malgré ce rapport de volume important, la Figure III-27 illustre la bonne corrélation entre l'estimation issue de la métallographie et recalculée pour le volume observé en tomographie. Le D_{50} de chaque lot est en effet assez proche (47-58, 101-101, 165-160 pour les lots V800 à V1100, en tomographie et recalculé de la métallographie respectivement). Toutefois, le facteur d'échelle β reste identique pour les distributions recalculées. Même si la différence autour du D_{50} pour les distributions recalculées reste très faible avec leurs contreparties issues de la tomographie, les différences entre les extremums respectifs (D_{10} , D_{90}) restent importantes. La largeur de la distribution est en effet bien plus grande pour les données issues de la tomographie, comparée à celles issues des analyses métallographiques. Il est possible que cet effet soit dû à la différence des zones d'échantillonnage 2D et 3D.

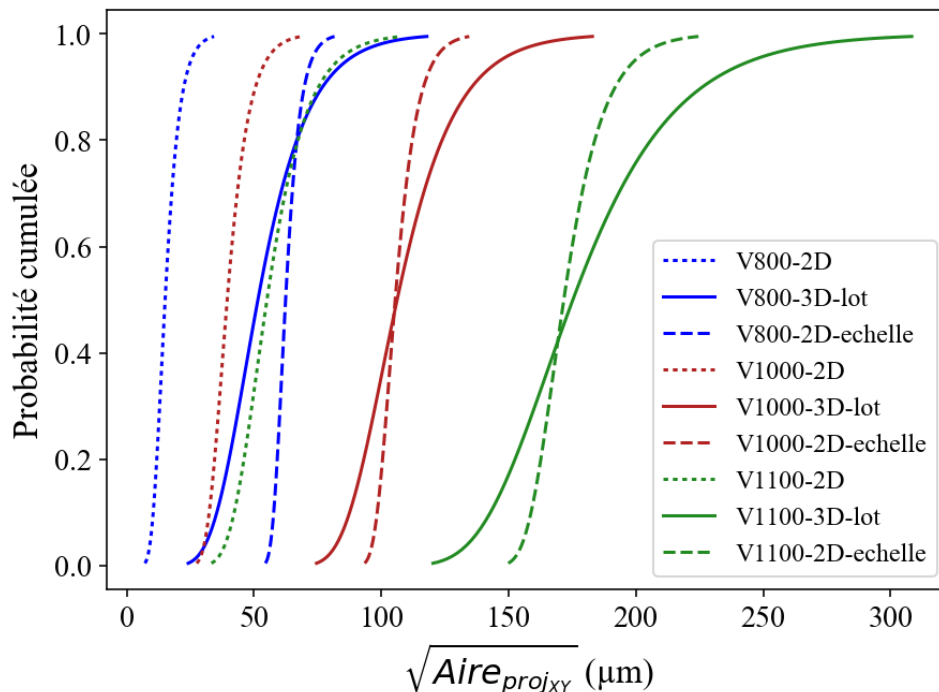


Figure III-27: Comparaison de la probabilité cumulée d'apparition des pores pour les 3 lots d'échantillons pour: la distribution 2D brute (pointillés), la distribution 3D moyenne par lot (trait plein) et l'analyse 2D corrigée en volume (tirets).

III.4.4.4. Pores dans le contour

Le critère de Murakami considère qu'un pore est débouchant si le ratio $r/d > 4/5$ (Eq. III-5). D'après ce critère, la quasi-totalité des éprouvettes fabriquées ne possède aucun pore débouchant, sauf quelques éprouvettes avec des pores de taille $< 60 \mu\text{m}$ (notamment V800-4 et V800-5). D'autres éprouvettes montrent des pores de petites tailles ($< 50 \mu\text{m}$) à une distance validant seulement le critère en Eq. III-6 ($r/d > 1/3$). Les défauts validant ce critère peuvent atteindre un diamètre équivalent compris entre 100-300 μm pour le lot V1100 (Figure III-28 b)). Enfin, un pic de pores de grandes dimensions se situe à environ 150 μm du bord pour les trois lots, et correspond à la zone de recouvrement entre le remplissage et le contour

À la suite des observations tomographiques, les échantillons V-800-9, V-800-10 et V1000-8 à V1000-10 (soit 5 échantillons sur les 30 fabriqués) ont été repolis pour retirer 150 μm supplémentaires en épaisseur, et ainsi connecter les pores de la zone de remplissage à la surface (voir schéma Figure III-29 a)-c)). Le tableau récapitulatif des données issues des essais est disponible en Annexe V.8.2.

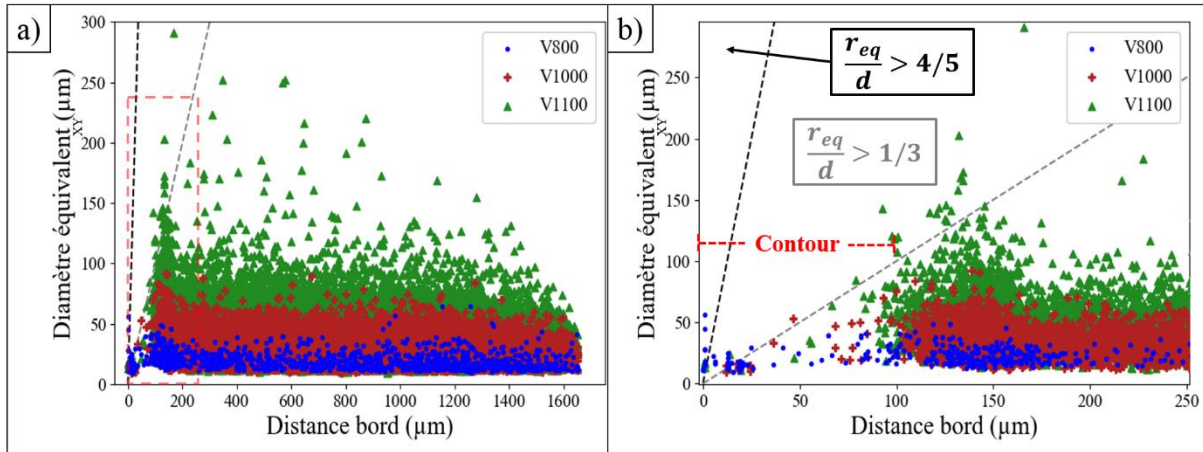


Figure III-28: a) Diamètre équivalent à l'aire projetée dans le plan XY des pores en fonction de la distance au bord pour tous les échantillons b) Zoom pour une distance comprise entre 0 et 250 μm (encadré rouge en a))

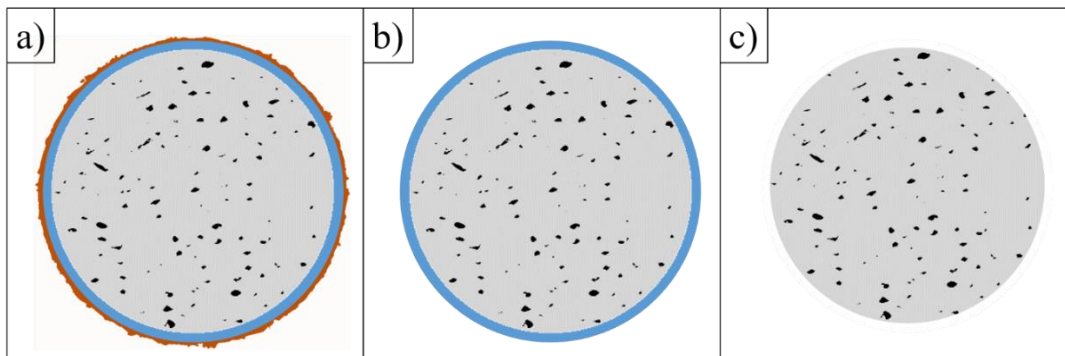


Figure III-29: Schématisation d'une coupe de l'éprouvette a) Brute de fabrication b) Après polissage sur 50-100 μm c) Après retrait complet du contour en polissage (retrait de 225 μm en épaisseur). Le contour est représenté en bleu, et les pores en noir.

III.5. Impact des populations de pores à cœur sur la limite de fatigue à 10^6 cycles

III.5.1. Paramétrage des essais de fatigue

Les échantillons ont subi un traitement thermique identique à celui des échantillons optimisés, pour être ensuite testés en fatigue avec la méthode Locati, pour des paliers initiaux compris entre 280 et 320 MPa. Quelques échantillons ont rompu hors de la zone utile, sur une

section plus large que celle de la zone utile. Pour ces échantillons, la contrainte réelle imposée notée σ_f a donc été recalculée via une simulation éléments finis. Cette correction intègre les effets de la concentration de contrainte générée par le rayon de raccordement et de la section plus importante sur le niveau de contrainte au lieu d'amorçage. Cette contrainte a notamment été corrigée d'un facteur 1.6 et 1.4 pour les échantillons V1100-2 et V1000-7 respectivement. Le facteur de correction est resté compris entre 0.99 et 1.1 pour tous les autres échantillons. Du fait de la dispersion importante de la tenue en fatigue des lots caractérisés, certains échantillons (7/30) ont rompu vers la fin du premier palier (à 7.10^5 cycles et plus). Au vu du nombre de cycle élevé, la contrainte au dernier palier notée σ_n a été utilisée directement pour estimer la limite en fatigue.

III.5.2. Impact du taux de porosité

La simple comparaison de la limite de fatigue à 10^6 cycles avec le taux de porosité (Figure III-30) ne permet pas d'observer un impact de la population de défauts sur la tenue en fatigue. En effet, toutes les limites de fatigue mesurées ont montré des tenues comprises entre 300 MPa et 400 MPa, ce qui correspond aux mesures de Zhang [144] pour du 316L SLM comprenant un taux de porosité faible (<0.5%). La connexion à la surface de la population de pores de remplissage ne semble pas avoir d'impact sur la tenue en fatigue du lot V800 repolis (cercles pleins Figure III-30). En revanche, les échantillons V1000 repolis (carrés pleins) montrent des tenues figurant parmi les plus faibles enregistrées. Le lot 1100, comprenant les échantillons les plus poreux, est celui présentant la variabilité la plus importante, avec un minima et un maxima à 288 et 426 MPa respectivement, pour des taux de porosité proches : 2.21 et 2.27 %.

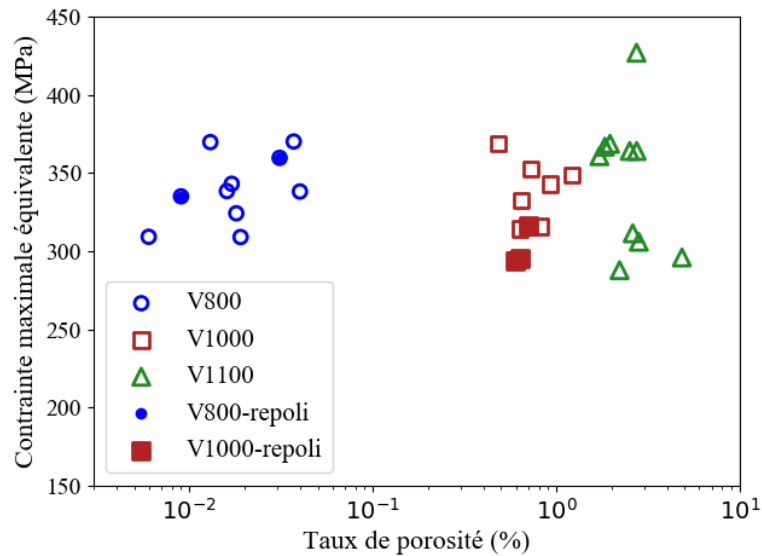


Figure III-30: Limite de fatigue à 10^6 cycles en fonction du taux de porosité

L'impact de la porosité interne sur la tenue en fatigue, au premier abord, apparaît donc très limité, pour des valeurs comprises entre 0.01 et 4.8 %. Un facteur 150 sur le taux de porosité entre V800-8 (0.013%) et V1100-5 (1.96%) n'a par exemple eu aucun impact sur

leur tenue en fatigue, ces deux éprouvettes ayant rompu à 370 MPa et 369 MPa respectivement (Figure III-31).

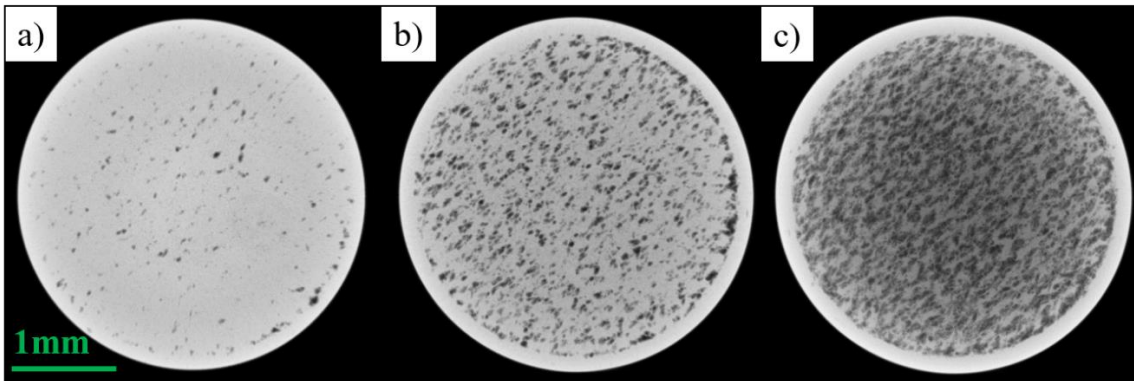


Figure III-31: Somme des coupes tomographiques dans le plan X-Y pour les échantillons a) V800-8, b) V1000-7, c) V1100-5. Limites de fatigue respectives : 370, 371 et 369 MPa.

III.5.3. Analyse des faciès de rupture

Les deux faciès de rupture de chaque échantillon ont été analysés au microscope électronique (Annexe V.7.1) pour observer le défaut critique à l'origine de l'amorçage. La mesure de la taille de chaque défaut critique associée à chaque échantillon correspond à la moyenne mesurée sur les 2 faciès miroirs.

III.5.3.1. Amorçage sur pore situé dans le contour

Parmi les 25 échantillons contenant toujours une épaisseur de contour, 22 ont montré un amorçage surfacique. Les pores critiques observés étaient donc majoritairement présents dans la zone balayée avec les paramètres de contour. Ceci suggère que la **porosité en sous-surface induite par la dégradation des paramètres de remplissage a joué un impact minimal sur la tenue** en fatigue, malgré les taux de porosité importants mesurés dans les lots V1000 et V1100.

Les faciès analysés au MEB Figure III-32 montrent les pores critiques identifiés pour un échantillon de chaque lot. Les fissures ont démarré à partir du bord de ces défauts surfaciques. Peu d'échantillons ont montré des sites d'amorçage multiples. Il est possible de suivre le chemin de propagation de la fissure grâce aux rivières de fatigue caractéristiques, parallèles au sens de propagation. Ces rivières laissent place à la zone de rupture finale ductile, occupant entre un tiers et la moitié de la surface du faciès, sans corrélation possible avec le taux de porosité.

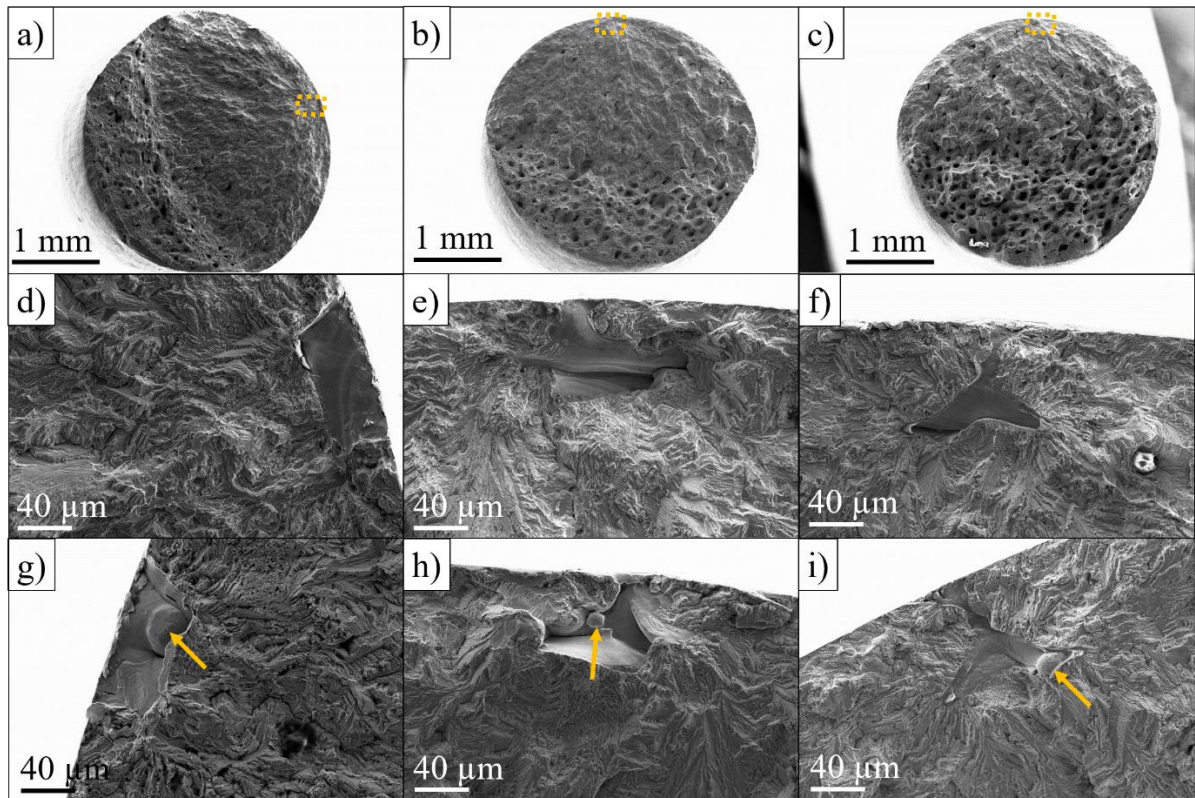


Figure III-32: Faciès de rupture de la partie supérieure des échantillons a) V800-7, b) V1000-2, c) V1100-7. d) e) f) Gros plans sur les défauts critiques encadrés dans a), b) et c). g), h), i) miroirs dans la partie inférieure. Les flèches jaunes indiquent des particules non fondues ou partiellement fondues.

Les pores situés dans le double contour ont des dimensions en $\sqrt{\text{Aire}}$ comprises entre 40 et 110 μm , et possèdent une circularité de 0.5 ± 0.2 , caractéristiques des manques de fusion. En revanche, contrairement aux manques de fusion à cœur, ceux-ci sont très peu profonds, de l'ordre de 10 à 20 μm . Ils possèdent des angles vifs et sont principalement plats sur les faciès observés correspondant à la partie supérieure des éprouvettes. Leur partie inférieure est tortueuse, avec la présence de particules non fondues caractéristiques des manques de fusion. La nature exacte de ces particules (poudre ou éjecta) n'a pas été identifiée. Le taux de porosité important observé dans la zone de rupture ductile Figure III-32 b) et c) correspond aux nombreux manques de fusion à cœur créés par la dégradation des paramètres laser. Ceux-ci ont probablement été arrondis lors de la phase de striction de l'éprouvette juste avant la rupture finale.

L'origine précise des manques de fusion dans le double contour est incertaine, et peut être attribuée à un ou plusieurs phénomènes :

- Le contour circulaire est constitué de vecteurs rectilignes de faibles dimensions. Il est possible qu'un recouvrement insuffisant entre le premier vecteur (début du cercle) et le dernier vecteur (fermeture du cercle) ait induit un défaut de type manque de fusion
- Une instabilité de l'énergie volumique à la zone de transition entre les deux vecteurs rectilignes courts du contour due au changement de direction (phénomène décrit en IV.2.3.2.4)
- Une interaction entre le laser et un contaminant de type éjecta redéposé sur le lit de poudre pourrait avoir occulté partiellement le rayonnement, ce qui peut affecter le recouvrement latéral et vertical des cordons.

- La présence d'oxydes conduisant à un mauvais mouillage du liquide sur le solide, puis une délamination dans l'échantillon.

III.5.3.2. Amorçage sur pore dans le volume connecté à la surface après polissage

Les échantillons V800-9, V800-10 et V1000-8 à V1000-10 ayant eu leurs contours entièrement repolis ont tous montré un amorçage se faisant sur un pore initialement interne mais connecté à la surface après polissage. Ces défauts apparaissent moins plats que les pores présents dans le contour (voir Figure III-33). Dans le lot V1000, plusieurs pores internes peuvent se retrouver connectés à la surface, l'amorçage se faisant sur le pore de plus grande dimension, comme observé Figure III-33 d). Ce résultat est en accord avec le critère de Murakami et l'étude de Romano [236] pour l'alliage AlSi10Mg.

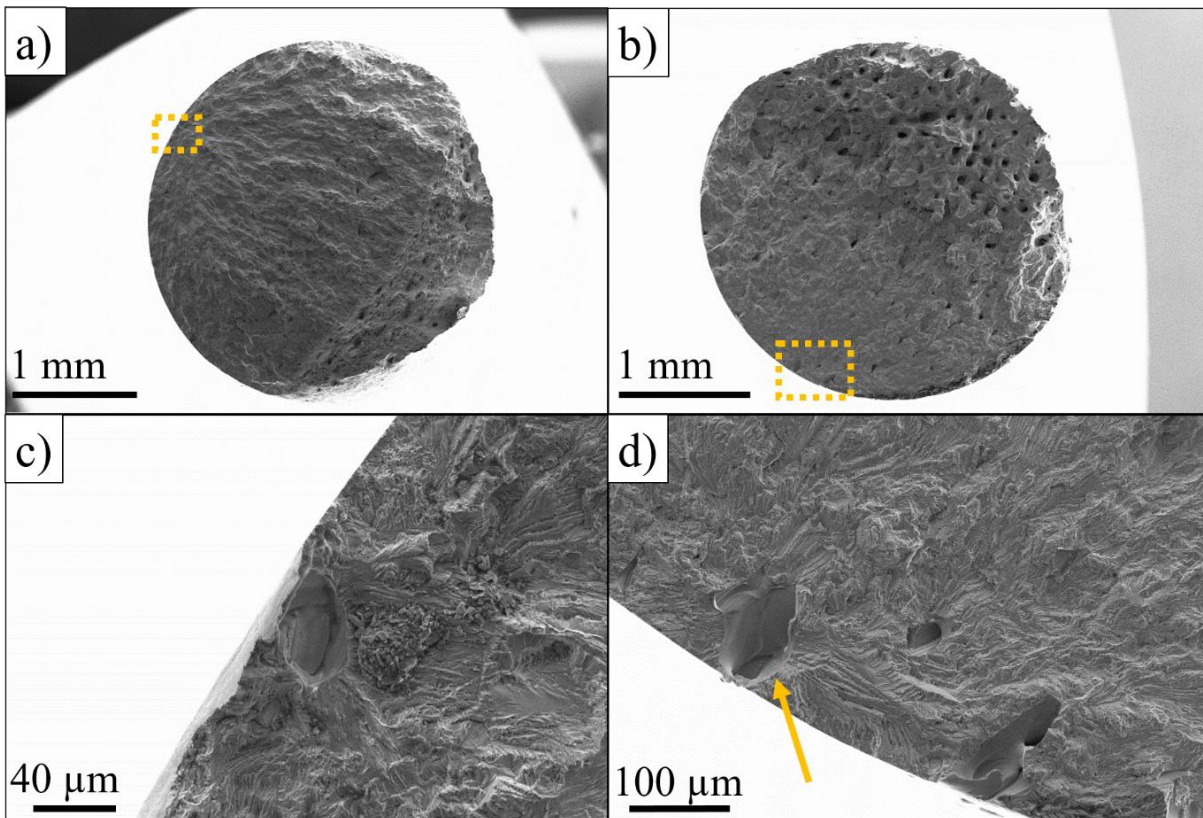


Figure III-33: Faciès de rupture des échantillons a) V800-9 et b) V1000-9. c), d) zoom des zones encadrées en a) et b). La flèche zone indique le pore critique.

III.5.3.3. Amorçage sur pore en sous surface

L'échantillon V1100-5 est le seul révélant un amorçage en sous-surface sur un agglomérat de pores de manque de fusion liés à la dégradation des paramètres de contour (Figure III-34). Deux des pores les plus proches du bord sont indiqués Figure III-34 b), et ont probablement interagi l'un avec l'autre lors de l'amorçage. La taille estimée du *cluster* de pores

est de $385 \mu\text{m}$ en $\sqrt{\text{Aire}}$, ou $217 \mu\text{m}$ pour le rayon du cercle équivalent. Compte tenu de la distance au bord ($122 \mu\text{m}$ minimum), le ratio a/h correspondant est de 0.64, ce qui n'est pas suffisant pour le considérer surfacique d'après le critère de Murakami Eq. III-5 mais pourrait satisfaire les conditions de l'Eq. III-6. Une zone particulièrement plane peut être observée autour des pores dans la zone de propagation de la fissure. La rugosité de cette zone apparaît bien inférieure à la zone équivalent des échantillons ayant eu un amorçage en surface. Ceci suggère l'existence d'un mécanisme de propagation de fissure différent, pouvant être attribué à l'absence d'air dans les zones non connectées à l'extérieur.

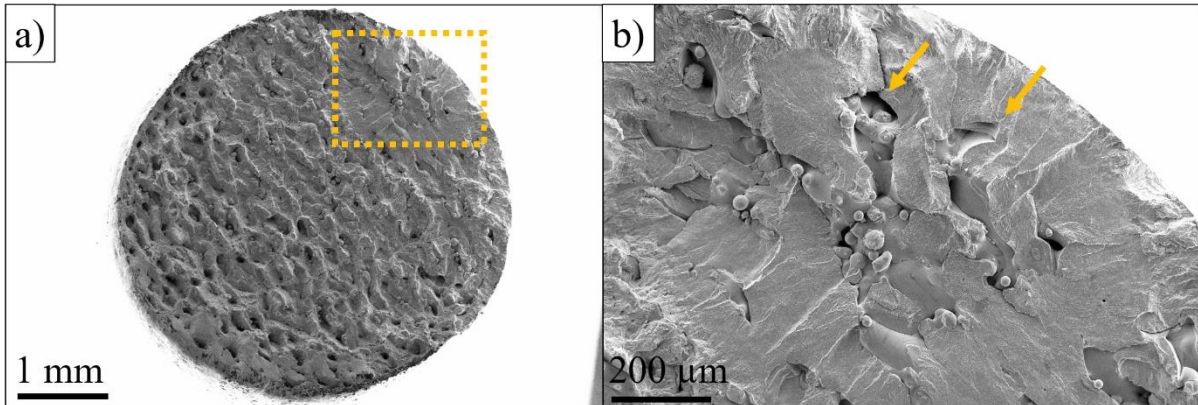


Figure III-34: a) Faciès de rupture de l'échantillon V1100-5 b) Zoom sur la zone encadrée en a) et identification de l'agglomérat de pores à l'amorçage

III.5.3.4. Délamination d'une couche poreuse

Les échantillons V1100-6 et V1100-4 ont montré des performances en fatigue particulièrement faibles, puisqu'ils ont rompu au premier et au second palier respectivement (à des niveaux de 300 et 320 MPa). Comme illustré Figure III-35, aucun site d'amorçage privilégié n'est observable. Les faciès montrent qu'une délamination complète a eu lieu sur une ou plusieurs couches simultanément. Ces couches montrent un taux de porosité très important. Les manques de fusion linéaires sont clairement visibles entre les zones fondues, où il est parfois possible d'observer les chevrons caractéristiques des cordons et d'en déduire le sens du balayage laser (voir encart Figure III-35 a)). Ces deux échantillons sont les plus poreux, et possèdent les distributions de défauts les plus étendues

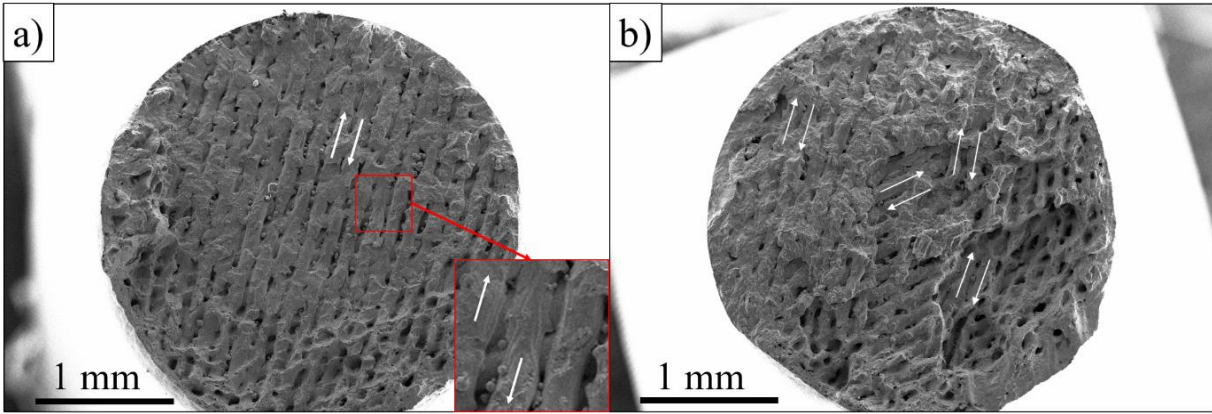


Figure III-35: a) Faciès de rupture de l'échantillon V1100-4 avec encart sur les chevrons b) >Faciès de rupture de l'échantillon V1100-6. Les flèches blanches indiquent les sens pris par le balayage laser.

III.5.4. Dimensions des défauts critiques

La taille des défauts critiques à l'origine de l'amorçage a été systématiquement mesurée. La probabilité cumulée en $\sqrt{\text{Aire}}$ de l'ensemble des faciès est présentée sur la Figure III-36. Malgré le fait que ces défauts proviennent de 3 lots différents, la probabilité cumulée est continue et peut être approximée par une unique loi de Gumbel.

Aucune corrélation entre le taux de porosité interne, contrôlé par le remplissage, et les défauts à l'amorçage n'est donc possible. Curieusement, les tailles de défauts critiques les plus importantes sont atteintes pour le lot le moins poreux à cœur et les plus faibles correspondent au lot le plus poreux. Comme les défauts critiques des trois lots suivent une même loi de distribution, il est possible de considérer que les propriétés en fatigue de tous les échantillons Figure III-36 sont régies au premier ordre par une même population de pores surfaciques.

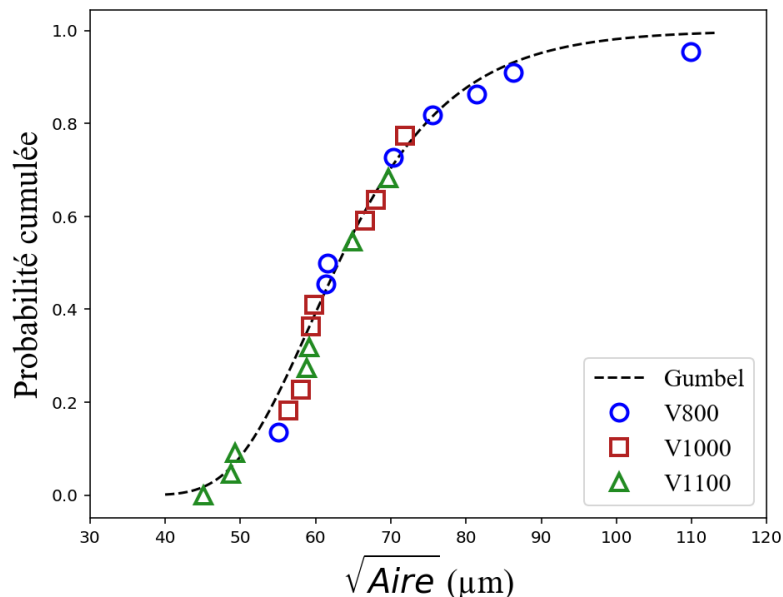


Figure III-36: Probabilité cumulée de la taille des défauts critiques mesurés sur l'ensemble des éprouvettes rompues

La décroissance de la limite de fatigue avec la taille de défaut surfacique et non le taux de porosité interne peut également être observée via un diagramme de Kitagawa (Figure III-37). La présence de pores internes semble bien moins critique qu'un pore en surface pour la tenue en fatigue, comme mentionné par Romano et Beretta [236]. La seule initiation en sous-surface a eu lieu sur un amas de pores de $\sqrt{\text{Aire}}$ supérieure à 380 μm , avec une limite de fatigue à 365 MPa environ, proche de la tenue d'échantillons ayant présenté des défauts surfaciques critiques de 45-70 μm .

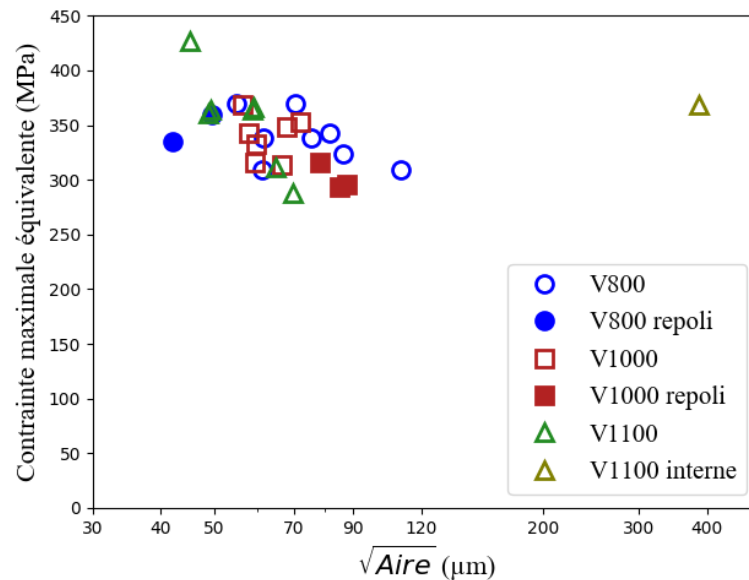


Figure III-37: Diagramme de Kitagawa pour tous les 28 échantillons ayant amorcé sur un défaut unique

Des niveaux de contraintes très élevés (400-540 MPa), proches de la limite d'élasticité du matériau, ont été atteints sur des échantillons spécifiques de chaque lot : V800-7, V1000-7 et V1100-2 (voir résultats bruts en Annexe V.8.2). Ces trois échantillons ont résisté à des chargements importants avant de rompre dans une zone extérieure à la zone utile, pour des sections efficaces plus importantes. De telles performances en fatigue pourraient notamment s'expliquer par l'absence de défauts critiques surfaciques dans la couche de contour dans la zone utile des échantillons. Malgré la présence de défauts subsurfaciques de tailles importantes dans le volume de la zone utile, l'amorçage a toujours eu lieu en surface. Malgré des niveaux de contrainte plus élevés dans la zone utile (facteur 1.6 pour V1100-2), la dimension des pores et le taux de porosité n'ont pas eu d'impact sur la limite de fatigue.

III.5.5. Criticité des pores internes

La Figure III-38 compare la $\sqrt{\text{Aire}}$ dans le plan XY des 10 plus grands défauts détectés en tomographie avec la $\sqrt{\text{Aire}}$ du défaut critique (= à l'origine de la rupture) identifié post mortem. La comparaison avec la taille moyenne est retranscrite Tableau III-7. Si pour le lot V800, le ratio entre les défauts reste à 1, il augmente progressivement à 2.1 et 3.6 pour les lots V1000 et V1100 respectivement. Cela montre que malgré la présence de défauts de grandes dimensions (> 150 μm) en sous surface, les propriétés en fatigue sont toujours dictées par les défauts de surface dont la taille est systématiquement < 100 μm . Ce genre de résultat est courant

en fatigue à grand nombre de cycles. Les défauts internes prennent généralement le pas sur l'amorçage critique en fatigue à très grand nombre de cycles, à 10^7 cycles et au-delà [253].

Alors que le critère de Murakami prévoit une compétition entre les défauts surfaciques et internes pour des défauts internes au minimum 70 % plus grands, ce rapport de taille peut monter ici à un minimum requis de 200 % dans le cas du lot V1000 et 400% dans le cas de du lot V1100. Des observations similaires ont été réalisées dans le cas d'un alliage A357-T6 contenant des défauts [254,255], où des petits défauts surfaciques étaient systématiquement à l'origine de la rupture malgré la présence de larges défauts internes.

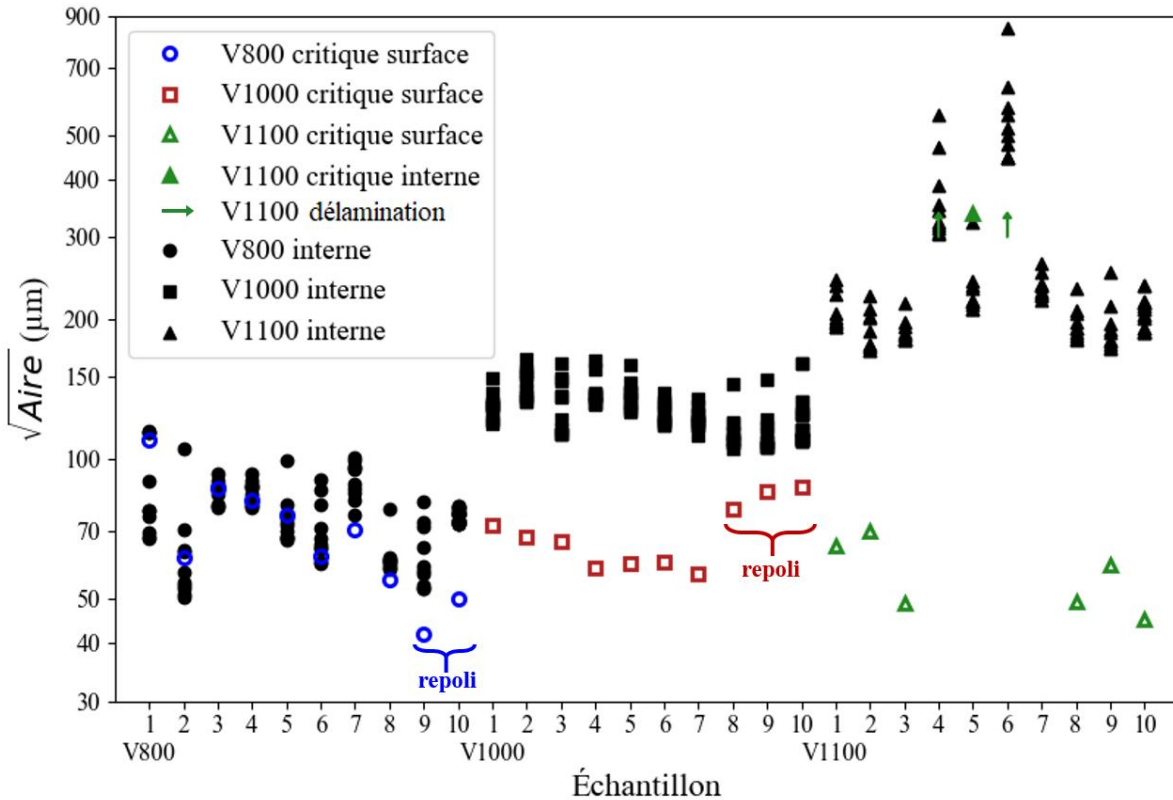


Figure III-38: $\sqrt{\text{Aire}}$ du défaut critique identifié post mortem et $\sqrt{\text{Aire}}$ des 10 plus grands défauts détectés en tomographie X pour tous les échantillons

| Lot | $\sqrt{\text{Aire}}$ moyenne des 10 plus grands défauts (μm) | $\sqrt{\text{Aire}}$ moyenne des défauts critiques (μm) | Ratio |
|-------|---|--|-------|
| V800 | 77 | 75 | 1.0 |
| V1000 | 133 | 63 | 2.1 |
| V1100 | 203 | 57 | 3.6 |

Tableau III-7: $\sqrt{\text{Aire}}$ moyenne des 10 plus grands défauts détecté en tomographie pour chaque échantillon dans chaque lot et taille moyenne détectée post mortem

En fatigue à grand nombre de cycles, la sensibilité aux défauts est attribuée à de nombreux facteurs avec notamment les effets mécaniques, les effets environnementaux et les effets microstructuraux. La concentration de contraintes est en effet plus importante aux abords d'un défaut proche de la surface qu'en interne, et est l'effet à l'origine du coefficient du critère de

Murakami [173]. L'impact de l'air est notamment attribué à la fragilisation par l'hydrogène dans les aciers [256]. Des performances en fatigue dans l'air réduites par rapport au vide ont en effet été observées pour plusieurs aciers. Comme la fabrication SLM est réalisée sous gaz inerte (argon), les défauts de manque de fusion non débouchants contiennent donc principalement du gaz inerte, probablement moins nocif pour l'amorçage et la propagation de fissures.

La Figure III-39 a été tracée en calculant le ratio entre le facteur d'intensité de contraintes calculé au défaut critique identifié post-mortem, et le facteur d'intensité de contraintes calculé pour le défaut le plus nocif détecté en tomographie dans la zone utile, en appliquant le critère de Murakami Eq. III-5. Des comparaisons similaires avaient été réalisés par Romano [236] dans le cas de l'AlSi10Mg et avaient montré une excellente corrélation entre la prédiction du défaut le plus nocif par la tomographie et les défauts identifiés post-mortem, dont plusieurs n'étaient pas connectés à la surface. Dans le cas du 316L, la sensibilité aux défauts internes semble largement inférieure, puisque l'amorçage commence presque systématiquement sur la surface, malgré des facteurs d'intensité de contrainte plus importants pour des défauts présents en interne. Ainsi, les échantillons V800-7, V1000-7 et V1100-2 qui ont rompu en dehors de la zone utile présentent des défauts de grandes dimensions dans la zone utile, respectivement de $\sqrt{\text{Aire}}$ 101, 136 et 225 micromètres. D'après les données Figure III-39, dans le cas de l'échantillon V800-7, l'amorçage a bien eu lieu sur le défaut le plus nocif, relié au ΔK le plus élevé (donc le ratio $\Delta K_{crit} / \Delta K_{max_tomo} > 1$). En revanche, les échantillons V1000-7 et V1100-2 ont tous les deux un ratio de ΔK largement inférieur à 1. En se ramenant à un même $\Delta\sigma$, le rapport de taille entre les plus grands défauts internes de la zone utile et les défauts critiques de ces échantillons atteindrait 500% et 700% respectivement.

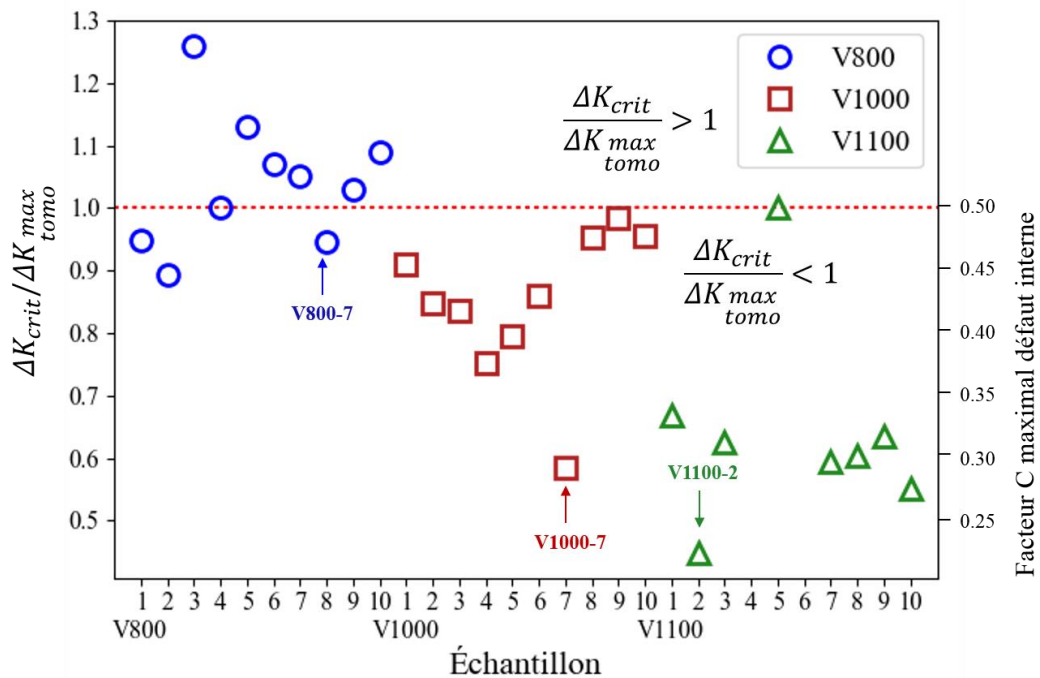


Figure III-39: Rapport entre le ΔK_{crit} sur le défaut critique, et le ΔK_{max_tomo} issu du défaut le plus nocif identifié dans la zone utile en tomographie

L'utilisation du critère de Murakami pour estimer le facteur d'intensité de contraintes tend donc à surestimer la nocivité des défauts internes, notamment pour les lots V1000 et

V1100 comprenant des pores internes de grandes dimensions. Pour que cette nocivité reste inférieure à celle des défauts critiques surfaces, le facteur $C=0.5$ utilisé pour les défauts internes habituellement utilisé devrait ici être réduit dans l'intervalle 0.25-0.5 selon les cas (voir axe secondaire Figure III-39)

Les résultats en Annexe V.8.2 ou sur le diagramme de Kitagawa Figure III-37 montrent une diminution notable des performances en fatigue des échantillons V1000-8 à V1000-10 par rapport aux échantillons du même lot non repolis. En revanche, les échantillons repolis V800-9 et V800-10 montrent des limites de fatigue similaires au reste du lot. La Figure III-38 montre en effet que les dimensions des défauts critiques pour les échantillons repolis ne changent pas dans le lot V800, mais qu'elles augmentent en moyenne de plus de 30% dans le cas du lot V1000. En effet, les défauts connectés à la surface après repolissage ont des dimensions correspondant aux distributions de taille décrites dans les analyses 2D et 3D. Alors que la distribution de taille des échantillons du lot V800 est de l'ordre de 20-120 μm (D_1 - D_{99} issu de la Figure III-27 pour les données 3D), soit proche des tailles de défauts critiques surfaciques usuelles, celle du lot V1000 est de 80-170 μm . La connexion de défauts de plus grandes tailles conduit donc à une limite de fatigue plus faible, et conduit à des défauts critiques de plus grandes dimensions.

Les niveaux de contraintes atteints pour les échantillons repolis en fonction des défauts à l'amorçage suivent la tendance décrite par les autres échantillons sur le diagramme de Kitagawa Figure III-37, ce qui suggère que la faible différence de microstructure entre le contour et le cœur (grains alignés et fins, dureté légèrement plus élevée) n'a pas d'impact notable sur la tenue en fatigue.

III.6. Détection des pores critiques en tomographie X

III.6.1. Pores de contour

Parmi l'ensemble des scans tomographiques réalisés, seul un nombre réduit a pu permettre de détecter les défauts critiques présents dans le contour. Bien que ces défauts puissent être considérés comme similaires aux défauts de manque de fusion internes, ils possèdent une épaisseur très faible ($\sim 20 \mu\text{m}$) le long de la direction de fabrication, et sont relativement aplatis dans le plan X-Y. Du fait de la résolution de voxel de $6.4*6.4*6.4 \mu\text{m}^3$, leur détection et segmentation reste un défi. Ils tout de même pu être observés et seuillés dans le cas des échantillons V800-4 et V800-5. Dans l'échantillon V800-4, le pore de plus grand volume détecté en tomographie correspond bien au pore critique observé post-mortem (Figure III-40 a)-d). Dans le cas de l'échantillon V800-5, le pore critique identifié post-mortem correspond au 2^{ème} défaut le plus nocif identifié en tomographie X (Figure III-40 e)-h)).

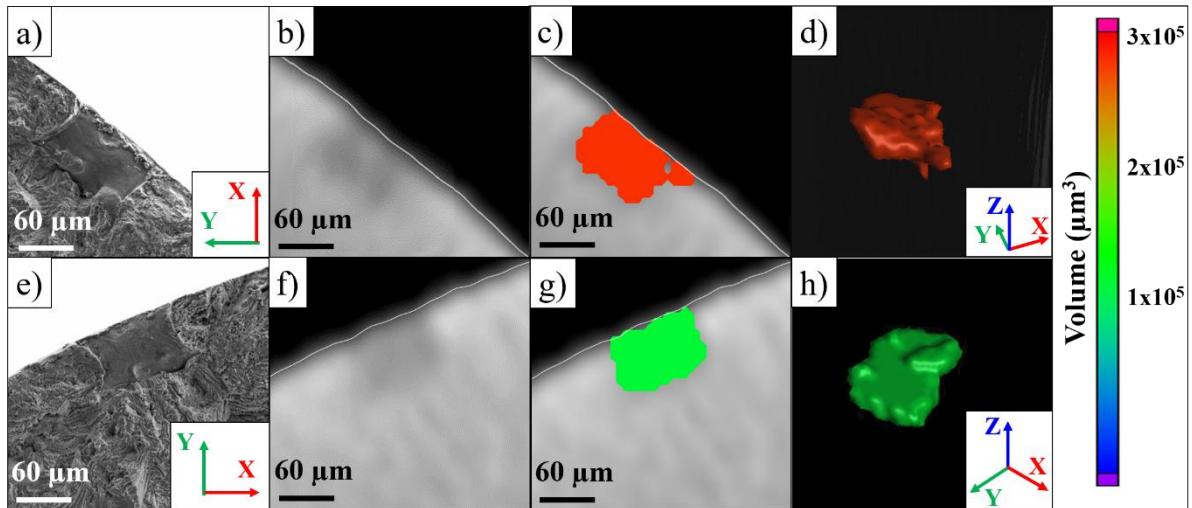


Figure III-40: a)-d) Pore critique de l'échantillon V800-4 observé au MEB et en tomographie X après reconstruction, détection et visualisation en 3D respectivement. e)-h) Pore critique de l'échantillon V800-5 observé au MEB et en tomographie X après reconstruction, détection et visualisation en 3D.

Le pore le plus nocif identifié en tomographie X pour l'échantillon V800-5 est aussi observable sur le faciès de rupture, bien qu'il ne soit pas à l'origine de la fissure finale (Figure III-41). Même si son aire dans le plan XY est légèrement supérieure, il est possible que son acuité soit inférieure à celle du défaut à l'origine de la fissure.

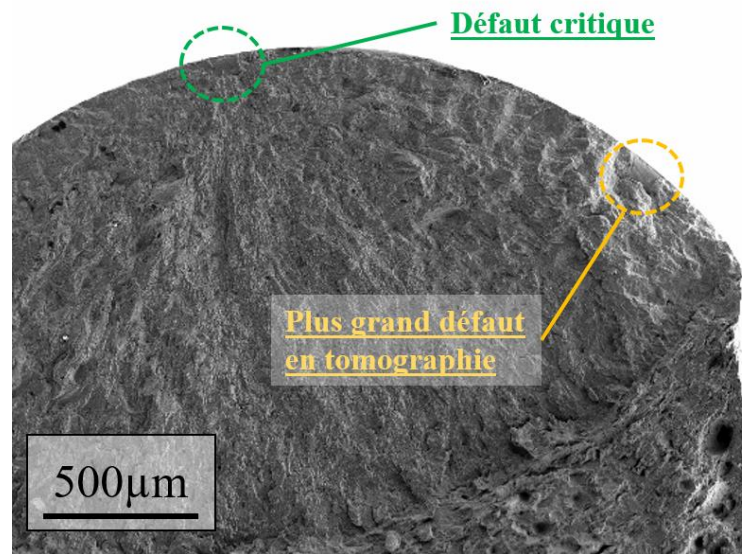


Figure III-41: Échantillon V800-5: position du défaut critique (2ème plus grand) et du plus grand défaut sur le faciès de rupture

Les pores de contour n'ayant pas été observés sur les nombreuses coupes métallographiques réalisées sur des éprouvettes post-mortem dans le plan X-Y, ou dans l'étude préliminaire dans un plan parallèle au sens de fabrication, ils peuvent être considérés comme un événement rare de la fabrication. Le fait que plusieurs ruptures aient eu lieu hors de la zone utile sur des défauts de mêmes dimensions, pour des concentrations de contraintes macroscopiques plus faibles, tend

à valider cette hypothèse. De plus, ces pores étant connectés à la surface, ceux-ci peuvent être confondus avec une variation locale de la rugosité de l'échantillon lors du seuillage du volume après reconstruction tomographique. Pour améliorer leur observation, une comparaison entre le volume reconstruit et le volume modèle (fichier CAO) pourrait être envisagée.

III.6.2. Dimension maximale de pore interne

L'échantillon V1100-5 a montré un amorçage sur un amas de pores subsurface. Les analyses tomographiques avaient révélé la présence d'un pore possédant le volume et la $\sqrt{Aire_{XY}}$ maximaux dans la même zone. La comparaison du faciès et des pores segmentés Figure III-42 montre qu'il s'agit bien des mêmes défauts. Compte tenu de la taille et de la proximité des pores, notamment en vert et en rouge Figure III-42 b), il est probable que ces derniers aient interagi pendant l'amorçage.

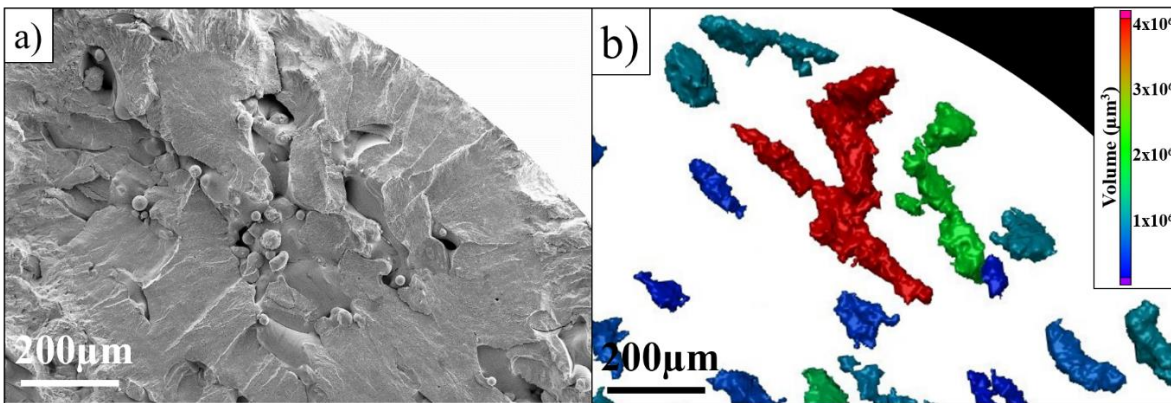


Figure III-42: a) Défaut critique identifié post-mortem b) Visualisation des défauts présents à la même position dans le volume reconstruit et segmenté en tomographie rayon X

III.6.3. Porosité maximale admissible à cœur

En utilisant les fonctionnalités de VG Studio, il est possible d'obtenir un pseudo taux de porosité surfacique. Pour chaque couche reconstruite d'épaisseur 1 voxel ($6.4 \mu\text{m}$), la fonctionnalité de variabilité directionnelle permet de calculer le ratio de voxels présents dans des pores segmentés ou dans le volume. La méthode est similaire à celle décrite par Maskery [257]. Cette méthode permet donc d'avoir une valeur de la porosité surfacique tous les $6.4 \mu\text{m}$ dans l'échantillon observé. La moyenne du pseudo taux de porosité surfacique sur tout le volume retourne donc la porosité volumique dont la moyenne pour chaque lot est donnée Figure III-24 d)

Bien que ces mesures doivent en théorie refléter les mesures optiques réalisées après polissage d'échantillons de métallographie, deux différences majeures persistent :

- La résolution obtenue en tomographie est environ 10 fois moins précise que celle obtenue avec des mesures 2D (6.4 contre $0.69 \mu\text{m}$). La porosité liée aux petits défauts n'est pas ou peu comptabilisée (lot V800)

- La porosité extraite des données issues de la tomographie reste dérivée d'un ratio volumique, puisque chaque couche décrit une épaisseur de 6.4 μm . L'aire extraite à chaque couche est donc une projection moyennée du défaut sur 6.4 μm , pouvant surestimer ou sous-estimer l'aire réelle en fonction du seuil de contraste local de binarisation.

Cette méthode permet toutefois de décrire l'évolution de la porosité en fonction de la position dans la zone utile. Les données moyennes, maximales et la déviation standard de ce taux de porosité sont disponibles en Annexe V.8.2. L'évolution du taux de porosité pour 3 échantillons par lots est tracée Figure III-43 a)-c). Dans chaque set, les 3 échantillons ont été choisis pour illustrer des taux relatifs faibles, moyens et élevés de porosité. Le taux de porosité est très variable le long de la direction de fabrication pour tous les échantillons analysés, bien qu'il n'existe pas de phénomène clairement identifié comme étant à l'origine des pics de porosité dans chaque échantillon.

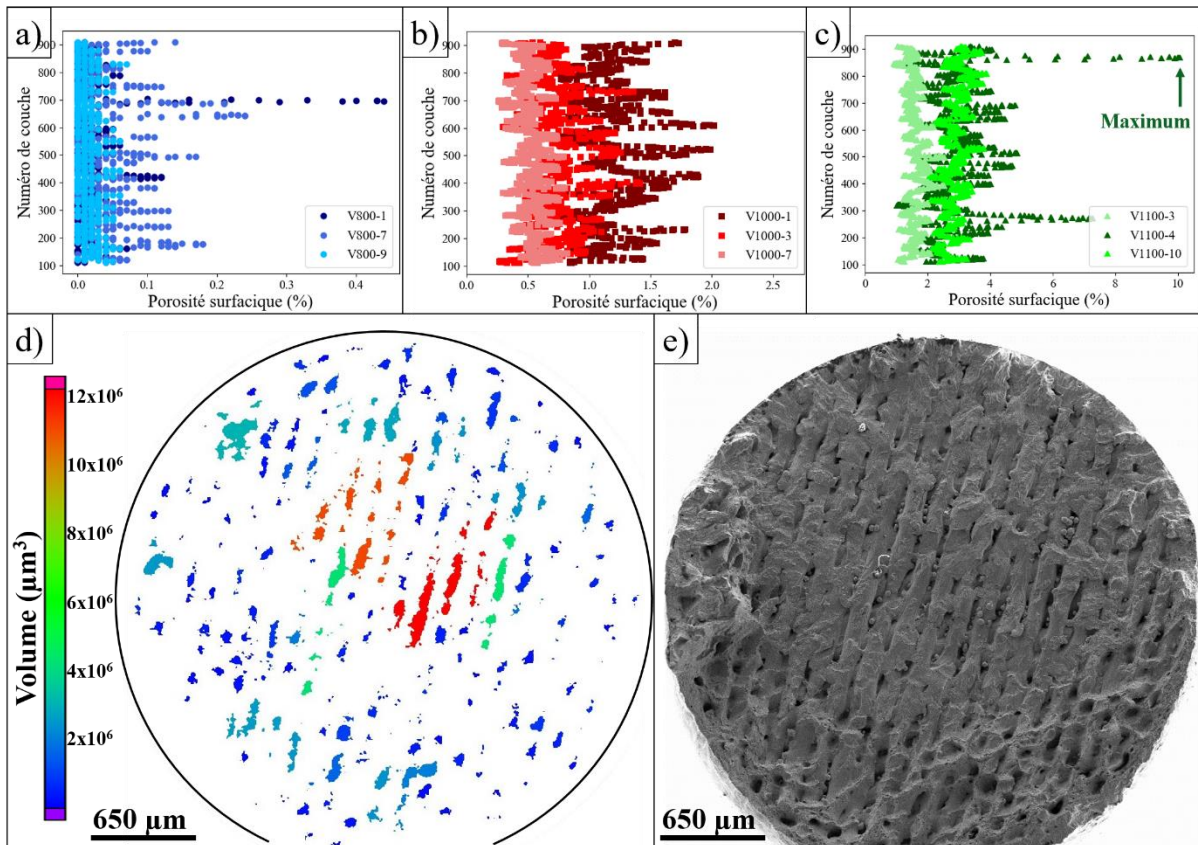


Figure III-43: a) b) c) Évolution de la porosité surfacique en fonction du numéro de couche après reconstruction tomographique pour 3 échantillons issus des lots V800, V1000 et V1100. d) visualisation 2D des défauts dans l'échantillon V1100-4 après reconstruction tomographique à la couche de porosité maximale identifiée en c). e) Partie inférieure du faciès de rupture de l'échantillon V1100-4.

Dans le lot V800, un pic important à 0.4% est présent dans la partie supérieure du volume reconstitué de V800-1. Comme le taux de porosité reste faible, la simple présence d'un ou quelques pores aléatoirement disposés à des hauteurs proches suffit à impacter grandement le taux de porosité surfacique. Un certain nombre de couches reconstruites affichent une porosité nulle. Dans le lot V1000, une variabilité importante du taux de porosité peut être observée. En

présence d'un contour, cette variabilité n'a pas montré d'impact sur la tenue en fatigue du lot V1000. Dans le lot V1100, certains échantillons ont montré des couches extrêmement poreuses. C'est notamment le cas de l'échantillon V1100-4 où un pic de porosité surfacique de plus de 10% est observé (Figure III-43 c)). La rupture ayant eu lieu dans la partie analysée en tomographie X, il est donc possible de comparer le faciès et la couche la plus poreuse. La position de la couche la plus poreuse avec la zone du faciès correspondant, et les clichés Figure III-43 d) et e) montrent les mêmes populations de défauts. Cette couche critique, détectée en tomographie X, comprend aussi les 2 pores possédant le volume et l'aire projetée les plus importants (en orange et rouge Figure III-43 d). En utilisant la même procédure, il est aussi possible de retrouver la couche la plus poreuse de l'échantillon V1100-5 avec un pic à 7.4% de porosité surfacique, qui correspond à la couche où se situait le défaut critique (Figure III-42). Malgré ce taux de porosité élevé, l'échantillon V1100-5 a conservé une bonne tenue en fatigue.

Les taux de porosité surfaciques maximums pour les échantillons V1100-4 et V1100-6 sont de 10.1 et 15.3 % respectivement, tandis que tous les autres échantillons du même lot avec un amorçage surfacique de fissure possèdent des maximums entre 2.5 et 4.5 %. Il est donc raisonnable de conclure que dans le cadre de cette étude, **le taux de porosité interne (estimé par analyse surfacique) a un impact sur la tenue en fatigue si sa valeur est supérieure à une limite estimée entre 7 et 10%**. En dessous de cette valeur, la densité de pores interne n'a pas d'impact sur la tenue en fatigue, qui est alors entièrement contrôlée par les pores de surface.

Bien que les échantillons aient été placés aléatoirement sur le plateau de fabrication, les échantillons V1100-4 et V1100-6 présentant les taux de porosité surfaciques les plus élevés étaient les deux échantillons les plus éloignés de l'entrée du gaz d'inertage, à mi-hauteur (axe Y) du plateau. Cette position est la plus susceptible de recevoir des éjectas et d'être contaminée par des particules non désirées pendant la fabrication. Des défauts issus d'un problème de fabrication sont donc susceptibles d'être à l'origine des larges manques de fusion interconnectés à l'origine de la rupture prématurée des échantillons.

III.7. Bilan des essais de fatigue à grand nombre de cycles

L'ensemble des résultats de fatigue obtenus dans ce chapitre est résumé sur un diagramme de Kitagawa Figure III-44. Les 2 éprouvettes ayant amorcé par délamination sur une couche poreuse ne sont pas représentées ici. On constate, conformément aux résultats de la littérature, une diminution de la limite d'endurance avec la taille de défaut, avec un amorçage principalement en surface pour des pores de taille 20-130 μm . Ces résultats concordent avec les observations de Guerchais [248] pour un 316L conventionnel¹ avec plusieurs tailles de défaut usinés en surface, bien que l'abattement soit ici plus abrupt pour de plus petites tailles de défaut. La différence de limite d'endurance entre les essais de ce chapitre et ceux de Guerchais, pour des éprouvettes sans défaut, est attribuée à la différence entre la microstructure du 316L SLM et conventionnel, qui conduit notamment à une haute limite d'élasticité.

Deux critères sont utilisés pour illustrer les tendances observées entre la contrainte maximale à rupture et les défauts critiques [258]:

- Le critère de Murakami :

¹ Résultats extrapolés d'essais effectués à un rapport de charge $R=-1$ avec défaut artificiel en utilisant la loi de Gerber. Cette méthode ne prend pas forcément en compte la plasticité importante en pointe de défaut.

$$\log(\sigma) = \log(\sigma_D) - \frac{1}{n} \log(\sqrt{Aire}) \quad \text{Eq. III-14}$$

Pour $\sqrt{Aire} \geq \sqrt{Aire}_{crit}$, avec σ_D la limite d'endurance du matériau sans défaut. Ce critère classiquement utilisé avec $n=6$ pour des petits défauts et peut être généralisé comme le montre Beretta [258] à de plus grands défauts en diminuant n (afin de refléter la dépendance du seuil de propagation de fissure à la taille de défaut) Ici nous prendrons $n=2$, pente classiquement utilisée pour des fissures longues, et qui semble mieux s'approcher de nos données expérimentales. Ce type d'approche est considérée comme applicable lorsque la taille de défaut est supérieure à la taille de grain. Ceci revient à utiliser la droite de la LEFM de pente $-1/2$ dans le diagramme de Kitagawa tout en utilisant le paramètre \sqrt{Aire} comme paramètre de taille.

- Le critère de El-Haddad :

$$\sigma = \sigma_D * \sqrt{\frac{\sqrt{Aire}_0}{\sqrt{Aire} + \sqrt{Aire}_0}} \quad \text{Eq. III-15}$$

Avec \sqrt{Aire}_0 une taille de défaut seuil. Ce critère combine l'idée de taille critique de défaut et la LEFM, et comprend également une pente en $-1/2\sqrt{Aire}$ lorsque le défaut atteint une dimension largement supérieure à celle du seuil ($\sqrt{Aire} \gg \sqrt{Aire}_0$)

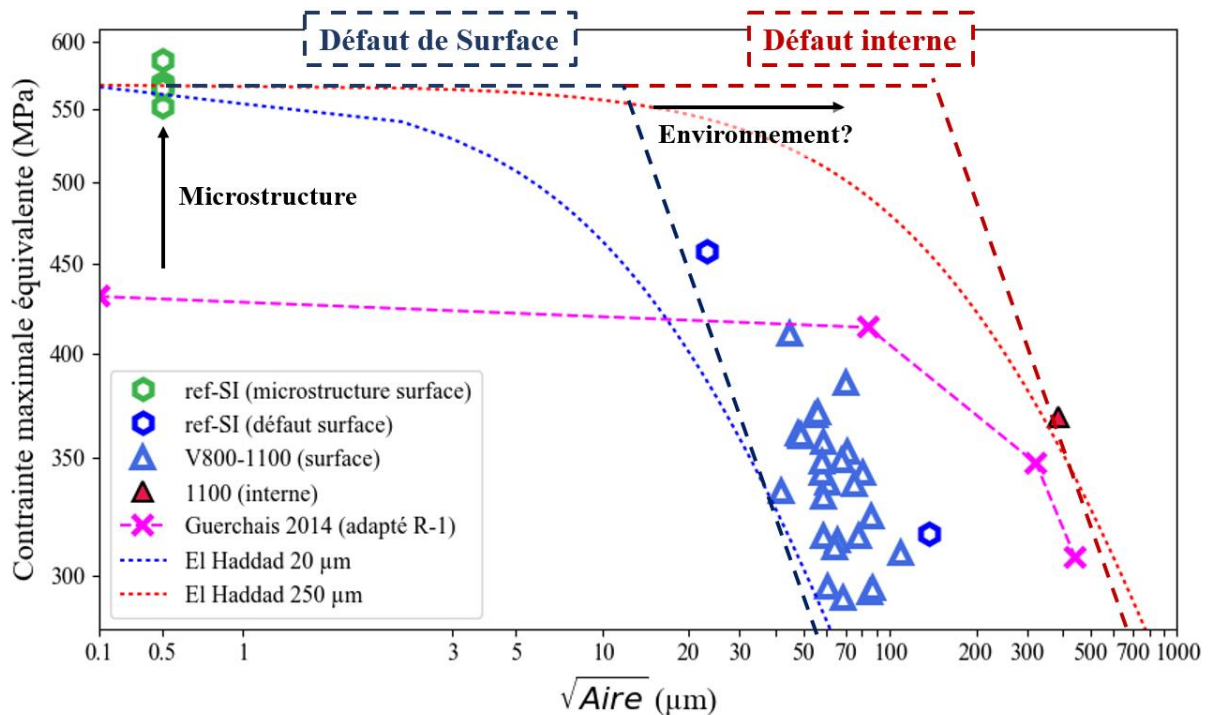


Figure III-44: Évolution de la contrainte maximale en fonction de la taille de défaut

Les seuils des deux critères ont été adaptés pour épouser les tendances des essais. La décroissance logarithmique de pente maximale en $1/2\sqrt{Aire}$ (LEFM) semble décrire convenablement les tendances des résultats obtenus pour un amorçage en surface. En revanche, les tailles de défaut seuil utilisées pour couvrir l'amorçage en surface (10-20 μm) ou l'amorçage interne (150-250 μm) sont différentes d'environ un ordre de grandeur pour les deux critères utilisés. De plus, le défaut seuil en surface obtenu pour les résultats de Guerchais (de l'ordre de 100 μm) apparaît bien plus large que celui identifié pour les essais de ce chapitre (de l'ordre de 10-20 μm), peut-être en raison de différences microstructurales. Cette différence n'est cependant pas due directement à la taille de grain, puisque le 316L utilisé par Guerchais présente une taille de grain équiaxe moyenne de 14 μm , contre environ 35 μm dans nos travaux avec des grains colonnaires dans le sens de sollicitation. L'interaction entre le défaut et la sous-structure fine du matériau SLM a cependant pu jouer un rôle dans la taille réduite du défaut seuil, de même que l'acuité réduite des défauts artificiels usinés de Guerchais qui a pu limiter leur impact sur l'amorçage de fissure.

III.8. Conclusion

A l'issue d'une recherche paramétrique précise, nous avons caractérisé par analyse métallographique et tomographie X un acier 316L fabriqué par SLM pour des conditions optimisées. En accord avec la littérature récente sur le sujet, nous observons des **propriétés de résistance en traction (limite d'élasticité, limite à rupture) nettement plus élevées que celles obtenues par procédé conventionnel**, et un phénomène **d'adoucissement lors des essais d'écroutissage cyclique**. Ces observations sont attribuées à la microstructure et sous-microstructure fine, ainsi qu'au taux de dislocations important du matériau. Une **limite de fatigue élevée de l'ordre de 550-585 MPa à 10^6 cycles a ensuite été mesurée, pour un amorçage dans la microstructure** (et pas à partir de porosités).

Dans un second temps, en dégradant les paramètres SLM de manière contrôlée, 3 lots d'échantillons comprenant des populations de défauts internes différentes ont été créés puis caractérisés en 2D (métallographie) et 3D (tomographie X). Des éprouvettes de fatigue ont ensuite été fabriquées avec les trois populations de défauts, et testées en $R=0.1$ en utilisant la méthode Locati. Malgré l'utilisation de paramètres optimisés pour la réalisation du contour des pièces, un faible nombre de pores fins et anguleux ont été observés dans les contours des échantillons. Ces défauts aigus et connectés à la surface ont contrôlé les propriétés en fatigue de la majorité des échantillons, indiquant une grande tolérance du 316L SLM vis-à-vis de la présence de pores internes. Plusieurs enseignements peuvent être dégagés de cette étude :

- Une analyse métallographique, suffisante pour différencier des populations de défauts, est insuffisante pour caractériser l'impact de la population de défauts sur la tenue en fatigue. Une évaluation 3D est alors nécessaire pour prendre en compte (entre autres) la présence d'une couche présentant un taux de porosité plus élevé. Ces résultats sont en accord avec les observations de Le [259] pour des éprouvettes de TiAl6V4 fabriquées verticalement, où une analyse métallographique ne permettait pas de quantifier correctement la population de défauts pour prédire le comportement en fatigue
- Dans des matériaux de FA fabriqués couche par couche, des descripteurs globaux comme un taux de porosité surfacique ou volumique, ne seront pas suffisants pour prédire les propriétés en fatigue des échantillons. Cette observation est d'autant plus valable dans le cas d'observations 2D non quantitatives. Des descripteurs plus locaux

adaptés à la méthode de fabrication additive doivent être utilisés, comme la porosité par couche, pour considérer la possible interaction entre les pores fabriqués.

- **La limite de fatigue à 10^6 cycles du 316L SLM sollicité à $R=0.1$ est principalement dictée par la santé matière des couches superficielles présentant des porosités de petite taille (40-100 μm) malgré la présence de défauts internes beaucoup plus larges (jusqu'à $\sim 400 \mu\text{m}$).** Ceci suggère une faible sensibilité du 316L vis-à-vis des défauts internes. L'absence de ces défauts de surface peut conduire à d'excellentes propriétés en fatigue, jusqu'à une limite à 10^6 cycles de 500 MPa, proche de la limite d'élasticité du matériau.
- **Un taux de porosité surfacique interne jusqu'à 10 % n'a pas impact notable sur la limite d'endurance. Au-delà de 10 %, une rupture prématurée et une limite de fatigue réduite sont attendues.** La présence d'une couche de surface très dense, couplée à la tolérance aux défauts importante du 316L semblent expliquer les résultats obtenus.

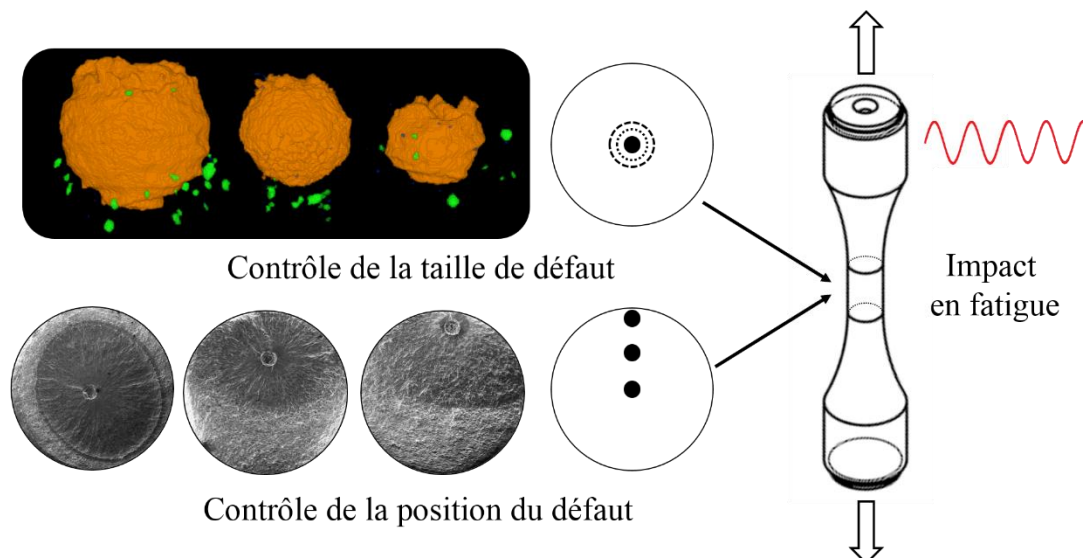
La fabrication d'échantillons SLM à des vitesses 25 % supérieures aux paramètres conventionnels n'a pas montré de différence sur la tenue en fatigue en présence de contour, malgré la présence de pores de plusieurs centaines de micromètres à cœur. La productivité du procédé SLM pourrait donc être accrue sur des matériaux comme le 316L, en combinant des paramètres optimaux de « peau » avec un paramétrage plus rapide à l'intérieur des pièces.

Enfin, l'utilisation des critères en fatigue basés sur la mécanique de la rupture pour décrire la tendance globale des essais n'est pas suffisante. L'application de tels critères nécessiterait une distinction des tailles de défaut seuil pour un défaut de surface ($\sqrt{A_{\text{crit}}} \approx 10\text{-}20 \mu\text{m}$) et un défaut interne ($\sqrt{A_{\text{crit}}} \approx 100\text{-}200 \mu\text{m}$). De la même manière, le critère de El-Haddad tracé pour deux tailles de défaut caractéristiques ($\sqrt{A_{\text{crit}}} = 20 \mu\text{m}$ et $250 \mu\text{m}$) souligne un **comportement différent en fonction de la position (interne ou surfacique)** du défaut. La nocivité inférieure des défauts internes pourrait s'expliquer par l'absence des effets d'environnement pendant l'amorçage de la fissure. Il apparaît donc nécessaire de recréer artificiellement des conditions expérimentales favorables à un amorçage interne, afin de comprendre les mécanismes en jeu et borner la sensibilité en fatigue du 316L SLM à de tels défauts.

CHAPITRE IV : GENERATION ET CARACTERISATION DE L'IMPACT DE DEFAUTS DETERMINISTES INTERNES SUR LA TENUE EN FATIGUE

L'amorçage et la propagation sur un défaut interne en fatigue à grand nombre de cycles est un phénomène rarement observé, du fait de la présence quasi systématique de défauts plus nocifs à la surface. Le chapitre III a en effet montré une faible nocivité des défauts internes vis-à-vis des défauts de surface, et un seul amorçage sur défaut interne a été observé sur l'ensemble de la campagne d'essais. Pour confirmer les tendances esquissées au chapitre III, il est nécessaire d'obtenir des conditions plus propices à un amorçage sur défaut interne en fatigue à grand nombre de cycles. La nouvelle approche proposée ici consiste à créer artificiellement un défaut interne contrôlé, susceptible d'être à l'origine de la rupture par fatigue de la pièce : il s'agit d'un défaut déterministe. Ce type de défaut s'oppose, par définition, à un défaut stochastique. Un défaut stochastique apparaît suite à une dégradation volontaire -ou non- des conditions de fabrication. La position, la taille, voire le nombre de défauts ne sont pas directement contrôlables, et leur distribution dans le volume est considérée homogène. Dans le cas de la génération d'un défaut déterministe par le procédé SLM, celui-ci est présent dans le modèle 3D de la pièce, puis reproduit par la machine, en utilisant des paramètres laser optimisés. Un même défaut, positionné au même emplacement, sera alors obtenu pour des conditions de départ identiques, ce qui le rendra à priori reproductible. Les défauts déterministes fermés insérés dans le volume des éprouvettes seront donc constitués de poudre non fondue, s'apparentant dans leur constitution à des manques de fusion, mais pouvant revêtir des morphologies différentes des manques de fusion que l'on souhaite caractériser en fatigue.

Ce chapitre décrira dans un premier temps l'optimisation paramétrique SLM conduite pour parvenir à générer et contrôler des défauts déterministes internes dans des pièces denses, avec une taille et une position variables et maîtrisées. La seconde partie sera dédiée à la caractérisation de l'impact des défauts déterministes sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles. Une attention particulière sera portée à l'analyse des faciès de rupture afin de proposer des scénarios compatibles avec les tendances observées.



IV.1. État de l'art : défauts déterministes

IV.1.1. Génération de défauts

Gong [260] s'est penché en 2013 sur la génération de défauts déterministes reproductibles générés en SLM, et leur contrôle par des méthodes non destructives. Les défauts sont de forme cylindrique, conique et biconique, de taille millimétrique et submillimétrique (Figure IV-1 a)). Cette étude de faisabilité a montré qu'en utilisant les paramètres par défaut de la machine EOS M270 pour du TiAl6V4, des défauts de 250 μm ont pu être créés de manière reproductible, mais présentaient des distorsions dimensionnelles systématiques. La même machine a été utilisée par Esposito [261] dans le but de créer des défauts sphériques et elliptiques sur AlSi10Mg, en gardant les paramètres par défaut. Un effondrement important a été observé dans la partie supérieure (Figure IV-1 b)). Enfin, Fadida a montré, toujours sur une machine EOS, la faisabilité de produire des défauts sphériques en TiAl6V4, pour des diamètres supérieurs à 300 μm [262–264].

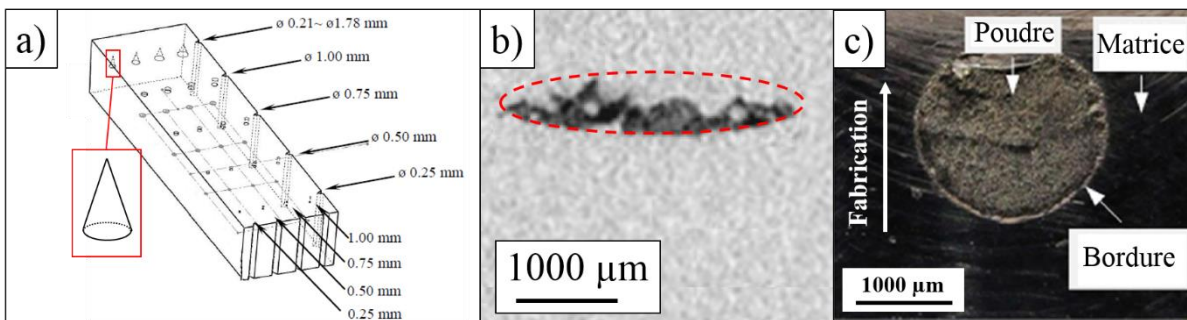


Figure IV-1: a) Pièce de test contenant différents défauts déterministes, d'après Gong [260] b) Défaut lenticulaire observé en tomographie et comparé au modèle [261] c) Défaut sphérique après coupe [262]

D'autres méthodes n'impliquant pas la FA par fusion lit de poudre permettent aussi d'obtenir des défauts interne de taille réduite. Les travaux de Serrano-Munoz [255] utilisent des éprouvettes contenant un cristal de sel de l'ordre du millimètre inséré dans un alliage d'aluminium en fonderie. Plus récemment, Junet [265] a caractérisé la tenue mécanique de pièces contenant une entaille de $200 \times 200 \times 20 \mu\text{m}^3$ usinée par laser sur une surface polie, soudée par diffusion solide à une autre surface polie en utilisant la méthode de *Spark Plasma Sintering*. Cette méthode permet l'intégration de défauts fins sans insérer de pores, d'inclusions ou sans altérer la microstructure.

IV.1.2. Contrôle de la morphologie de défaut

Gong a montré la faisabilité d'utiliser le contrôle par ultrasons pour détecter un défaut déterministe [260], mais avec une résolution et une précision limitées. La thermographie n'a pas permis l'observation de défauts internes du fait de leur distance trop importante avec la surface. Les méthodes les plus répandues pour contrôler la morphologie et la position de ce type de défauts restent la tomographie ou la radiographie. Ces méthodes restent cependant

bornées par l'épaisseur des échantillons et le matériau utilisé. Gong a ainsi pu observer des défauts cylindriques et biconiques insérés dans des éprouvettes de fatigue (Figure IV-2 a)). Fadida [264] a aussi montré la faisabilité de ces observations avec des défauts sphériques de dimensions 450 et 650 μm (Figure IV-2 b)).

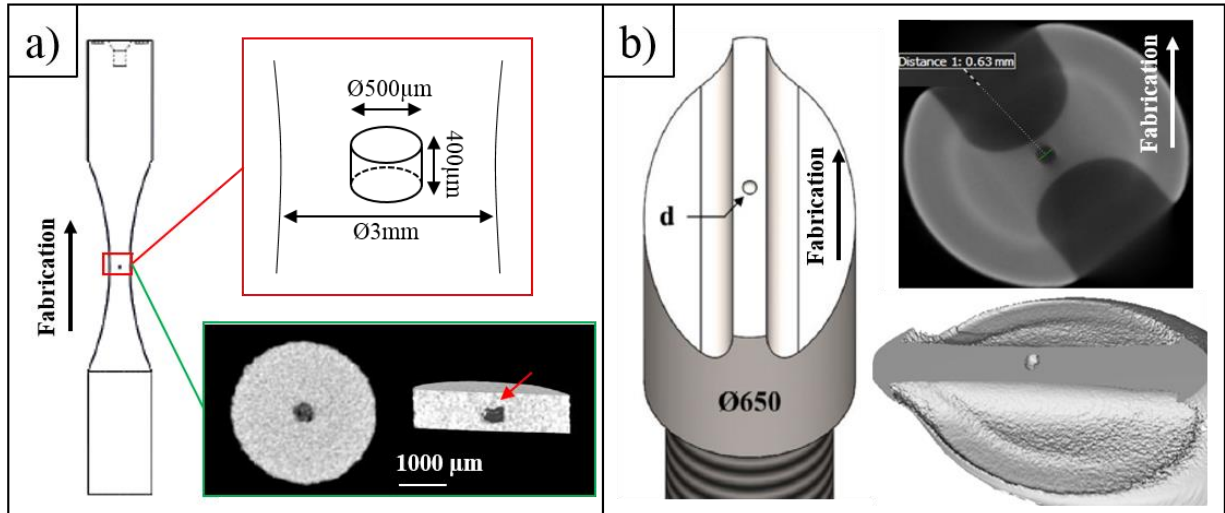


Figure IV-2: a) Modèle d'éprouvette avec défaut déterministe cylindrique et observation du défaut créé en tomographie X, d'après Gong [260], b) Modèle d'éprouvette avec défaut sphérique et observation du défaut avec détermination de la surface en tomographie X, d'après Fadida [264].

La première observation après reconstruction tomographique est que les défauts créés tendent à avoir des dimensions plus réduites que celles du modèle inséré, malgré l'application d'un *offset*¹ entre le contour 3D et le passage du laser pour prendre en compte la largeur du cordon. Le défaut reconstitué en tomographie Figure IV-2 a) a un diamètre de $400\mu\text{m}$ pour $200\mu\text{m}$ de hauteur, soit une réduction de $100\mu\text{m}$ pour les deux dimensions. Les mêmes tendances sont observées pour les échantillons de Fadida. L'effondrement de la partie supérieure (voir Figure IV-3 a)) est l'un des défauts géométriques les plus observés, et est généralement à l'origine d'une rugosité importante dans les zones en contre-dépouille [266–268]. Cet effondrement a deux causes principales:

- Pour un paramétrage laser fixé, des dimensions plus importantes seront observées pour un cordon réalisé sur de la poudre sans connexion avec une matrice solide pour évacuer la chaleur, du fait de la faible conduction thermique de la poudre par rapport à celle de la matrice (Figure IV-3 b)).
- Si l'effet de la gravité surpasse la tension de surface maintenant la cohésion de la partie inférieure du cordon, il s'écoule partiellement dans la poudre

Ce problème a notamment été discuté par Kruth et Craeghs dans les premières publications sur le procédé SLM [269–271] avant les années 2010, avec le développement de solutions visant à adapter le paramétrage énergétique avec une observation in-situ du bain de fusion pendant le balayage d'un vecteur laser. Pour éviter ce phénomène, l'utilisation de supportage est aussi souvent considérée, mais ne peut être appliquée dans le cas de défauts déterministes internes dans l'optique de caractériser leur impact sur les propriétés mécaniques.

¹ Voir définition en I.1.4.2.3 ou en II.1.2

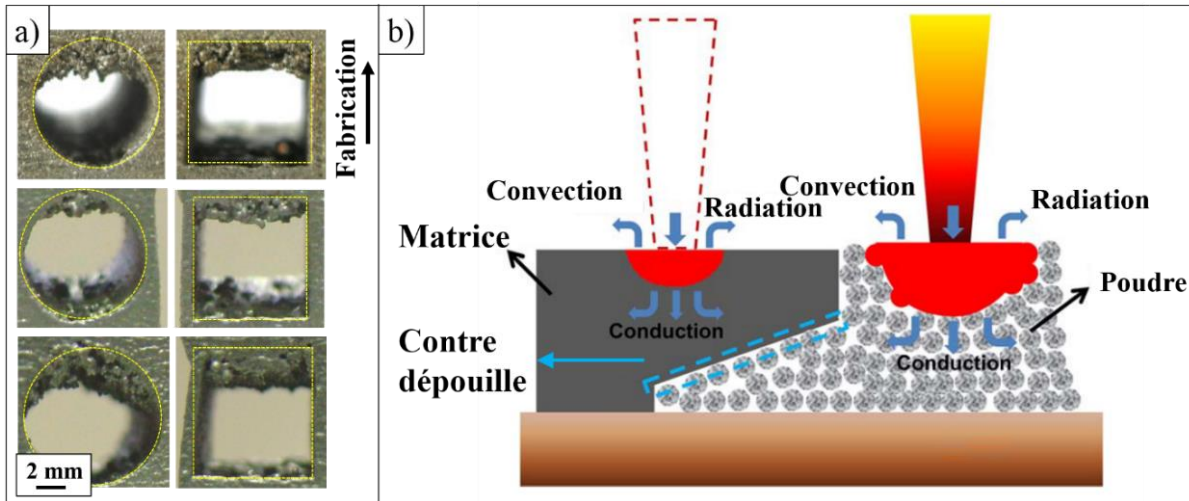


Figure IV-3: a) Mise en évidence de l'effondrement pour différentes géométries en contre dépouille pour des directions de balayage laser et atmosphère d'inertage différentes. Issu de Kruth [269]. b) Schéma comparatif d'un cordon fondu sur une surface solide et dans la poudre avec un paramétrage laser identique. Adapté de Chen [272].

IV.1.3. Caractérisation mécanique en fatigue

L'impact des défauts internes, en fatigue à grand nombre de cycles, vient au second ordre après celui des défauts de surface. L'amorçage sur un défaut interne est en effet rarement observé dans ce domaine de la courbe de Wöhler [273]. L'une des explications les plus souvent invoquées est celle de l'action de l'atmosphère. En effet, l'atmosphère présente autour d'un défaut interne peut souvent être assimilée à du vide, ou un gaz inerte, bien que les conditions atmosphériques exactes soit rarement connues et que du gaz piégé ait déjà été identifié dans la zone d'amorçage sur défaut interne dans des alliages d'aluminium [274]. Depuis les travaux de Gough et Spowith [275], il est communément admis que la présence d'air, d'humidité ou d'atmosphères plus réactives tendent à réduire l'endurance d'une pièce en fatigue. Les travaux de Petit [256], dans le cas des aciers, montrent en effet des vitesses de propagation de fissure 10 à 100 fois plus faibles pour des aciers sollicités dans le vide, par rapport à leur équivalents sollicités dans l'air, notamment dans les premiers stades de la propagation de fissure. De plus, le seuil critique de propagation de fissure est retardé.

Serrano-Munoz [273], après être parvenu à fabriquer des éprouvettes en fonderie contenant des défauts internes contrôlés de grande taille (~1 mm) n'a pas observé d'amorçage interne critique. Une analyse synchrotron a révélé que l'amorçage de fissure était relié au Kt local, indépendamment de la position du défaut (surfaccique ou interne voir pore 1 et 3 Figure IV-4 a) et b)). Dans le cas d'un amorçage constaté à la fois sur un défaut interne et surfaccique, la vitesse de propagation de fissure s'est avérée plus rapide pour le défaut surfaccique, ce dernier devenant donc à l'origine de la rupture finale. Les défauts déterministes artificiels internes plus « lisses » ont montré un Kt plus faible que les défauts naturels, et n'étaient pas à l'origine de l'amorçage de fissure, malgré des dimensions largement supérieures (Figure IV-4 c) et d)).

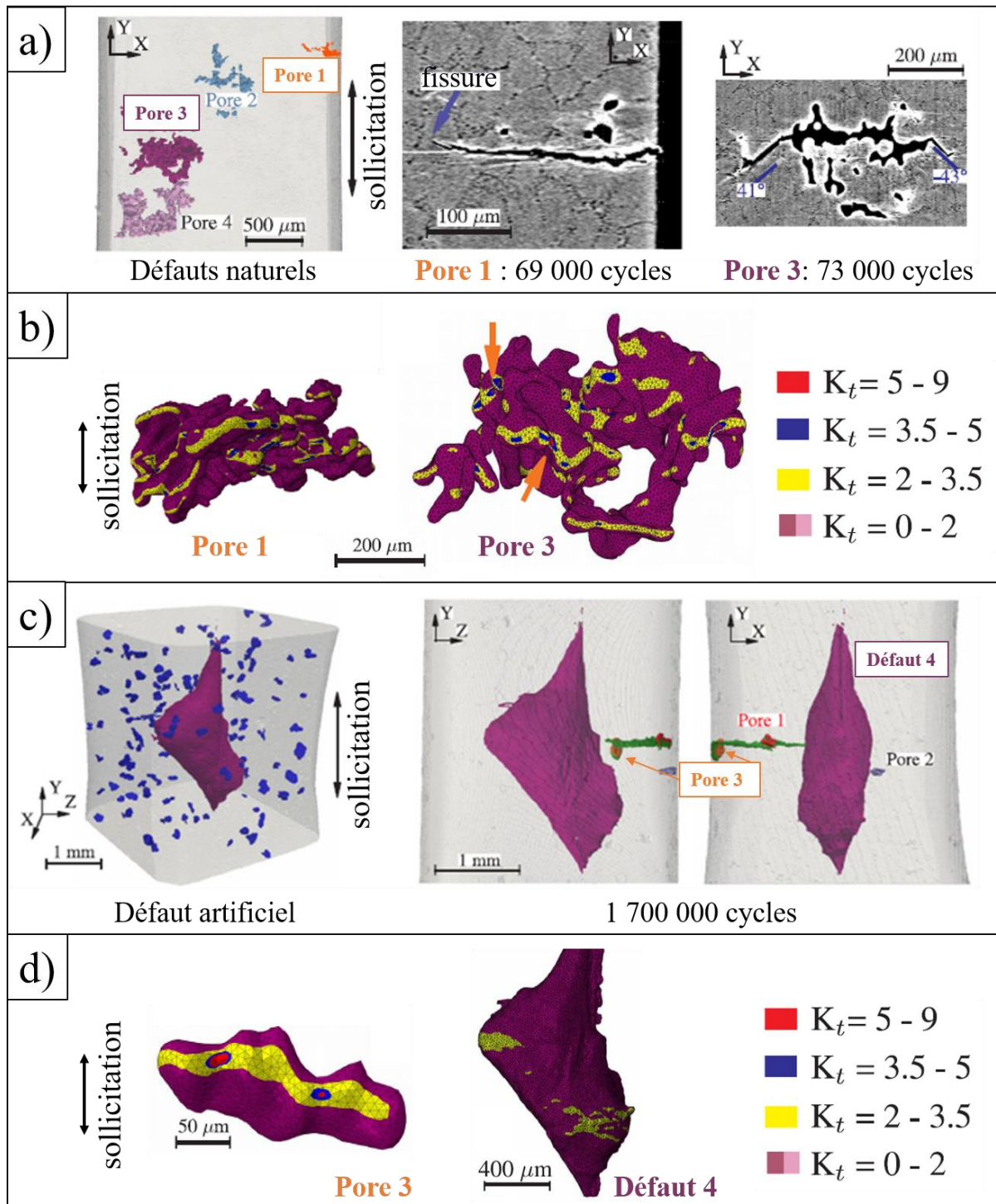


Figure IV-4: Rendus 3D de populations de défauts internes et surfaciques issus d'observation par rayonnement synchrotron X sur éprouvettes d'alliage d'aluminium sollicitées en fatigue à $R=0.1$. a) Comparaison de l'amorçage de fissure entre défaut surfacique (pore 1) et défaut interne (pore 3) b) Estimation du K_t local après analyse éléments finis. c) Observation de l'amorçage de fissure sur défaut surfacique (pore 3) d) Comparaison du K_t entre le pore 3 surfacique et le défaut 4 interne en c). D'après Serrano-Munoz [273].

Les résultats de Gong [260], obtenus pour des défauts déterministes internes centrés, de 500 μm de largeur, dans des éprouvettes cylindriques de 3mm de diamètres en TiAl6V4 créées par SLM tendent à illustrer le même effet. Dans le cas d'éprouvettes brutes sablées après fabrication, la tenue mécanique des pièces pour des sollicitations supérieures ou égales à

$\sigma_{max}=500$ MPa, était principalement dictée par des défauts surfaciques, à faible nombre de cycles ($<3.10^5$), malgré la présence de défauts déterministes internes de plus grandes dimensions (Figure IV-5 a)). À plus faible niveau de contrainte, l'amorçage a majoritairement eu lieu sur les défauts déterministes internes, et les éprouvettes de référence sans défaut déterministe n'ont pas rompu à 10^7 cycles. Les limites d'endurance à 10^7 cycles sont d'environ 450 MPa pour des éprouvettes sans défaut, avec un abattement de 100 MPa pour un défaut déterministe interne. Le fait que le type de mécanisme dépende du niveau de chargement et donc du nombre de cycles à rupture est en accord avec les résultats de Gunther [276], qui avait également noté un déplacement des zones d'amorçage surface \rightarrow cœur vers 10^7 cycles. Ce type d'évolution de mécanismes est également bien connu en fatigue à très grand nombre de cycles ($\sim 10^{8-9}$ cycles) où les amorçages à cœur (*fisheye*) sont très répandus.

L'analyse des faciès de rupture (Figure IV-5 b-c)) de Gong [260] montre une propagation radiale décentrée de la fissure pour des défauts déterministes internes. Pour les deux types de défaut étudiés (cylindre et bicône), une zone particulière en bordure de défaut semble être à l'origine de l'amorçage. Les faciès de rupture obtenus par Gong [260] sont identiques pour les deux types de défaut déterministe insérés. Il apparaît que la concentration de contraintes en bordure de défaut soit principalement liée à la rugosité de sa surface, et non la morphologie du défaut lui-même.

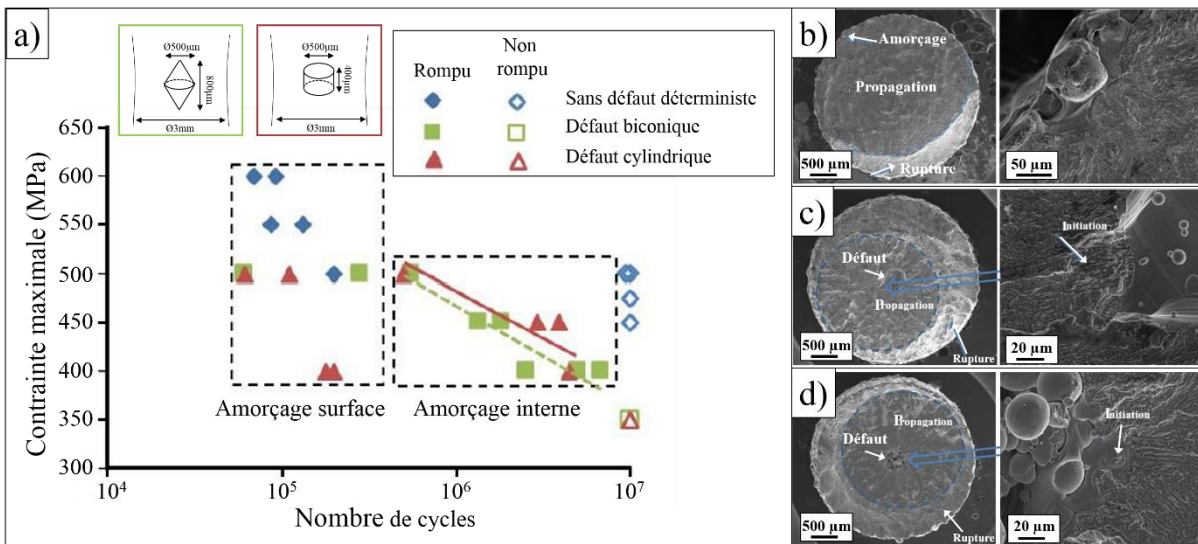


Figure IV-5: a) Courbe de Wöhler obtenue pour des éprouvettes de TiAl6V4 avec et sans défaut déterministe. Rapport de charge $R=0.1$. b) c) d) Faciès de rupture obtenus pour une éprouvette sans défaut, avec défaut cylindrique et avec défaut biconique respectivement. D'après Gong [260]

La fabrication et la caractérisation en fatigue de l'impact de défauts déterministes internes n'est pas aisée. En premier lieu, la tenue est principalement liée aux défauts de surface, ou à d'autres défauts induisant des concentrations de contraintes plus importantes que celles des défauts déterministes. L'optimisation de la santé matière est donc primordiale. Dans un second temps, l'élaboration elle-même des défauts déterministes est limitée par la résolution du procédé. Un effondrement important est notamment observé dans la partie supérieure des défauts, et nécessiterait une optimisation paramétrique. L'application des paramètres procédé recommandés par le constructeur ne permet pas d'atteindre des tailles et des morphologies de défauts optimisées. Il convient donc de réaliser une étude paramétrique préliminaire, couplée à

des méthodes de caractérisation rigoureuses, de manière à contrôler au mieux la morphologie des défauts tout en gardant une santé matière optimale. C'est l'objectif du premier volet expérimental de ce chapitre.

IV.2. Elaboration d'échantillons contenant des défauts déterministes

Pour élaborer des défauts déterministes contrôlés aux dimensions les plus réduites possibles, on propose ici une étude de l'influence des paramètres de fabrication considérés séparément. Les premières études paramétriques ont été réalisées sans groupe de lasage *downskin*, *upskin*, et en *mode delay*¹, avec pour objectif de conclure sur l'impact d'un des paramètres de fabrication sur la dimension ou la morphologie du défaut déterministe visé.

Des échantillons préliminaires avec des défauts sphériques de 450, 350, 250 et 150 μm de rayon ont été fabriqués en utilisant deux contours et un remplissage selon les paramètres constructeur (voir paramètres Annexe V.11). Ce paramétrage permet d'obtenir des largeurs de défaut proches de la consigne pour 900 et 700 μm (Figure IV-6 a) et b)). Toutefois, l'effondrement important de la zone supérieure, l'irrégularité des défauts les plus petits (Figure IV-6 c) et d)), et la présence de nombreuses porosités satellites en périphérie justifient l'intérêt d'une optimisation paramétrique pour fabriquer des petits défauts de manière reproductible. C'est l'objet de l'étude présentée ci-après.

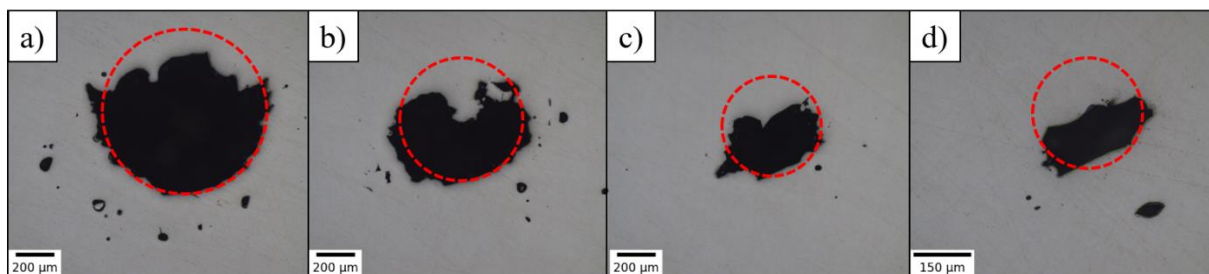


Figure IV-6: Observation en métallographie d'un défaut déterministe sphérique de diamètre a) 900 μm , b) 700 μm , c) 500 μm , d) 300 μm . (couches de 30 μm)

IV.2.1. Modèle de défaut

La recherche paramétrique pour l'optimisation des défauts déterministes a été conduite sur des échantillons, non destinés à une caractérisation mécanique. Pour garantir la cohérence des résultats, plusieurs critères doivent être vérifiés :

- Les défauts doivent être reproductibles : un même set de paramètres de fabrication avec une même forme de défaut doit conduire à la génération de pièces contenant les défauts les plus identiques possibles

¹ : Voir définition des termes en I.1.4.2

- Fabriquer une seule forme de défaut, mais avec différentes tailles submillimétriques possibles, en utilisant un unique set de paramètres de fabrication SLM pour garantir la comparabilité des défauts créés.
- Les défauts doivent être à symétrie de révolution, pour garantir une distribution de contrainte homogène dans le plan perpendiculaire à la direction de chargement pour une éprouvette cylindrique sollicitée en traction-traction ($R=0.1$)
- Avoir un seul plan où la concentration de contraintes atteint un maximum sur le défaut. Un cylindre vertical, par exemple, comporte une zone de concentration maximale de contrainte à chaque extrémité, ce qui ne permet pas de centrer la zone de concentration de contrainte dans la zone utile, et risquerait de rendre l'observation du faciès de rupture différente en fonction du côté observé

La forme de défaut choisie a donc été ovoïde, légèrement allongé dans la direction de fabrication, en combinant un demi-cercle de rayon r avec une demi-ellipse de demi petit axe r et de demi grand axe $\alpha \cdot r$ ($\alpha \geq 1$) (Figure IV-7). La hauteur du défaut est donc en théorie égale à $(\alpha+1) \cdot r$ et sa largeur à $2r$.

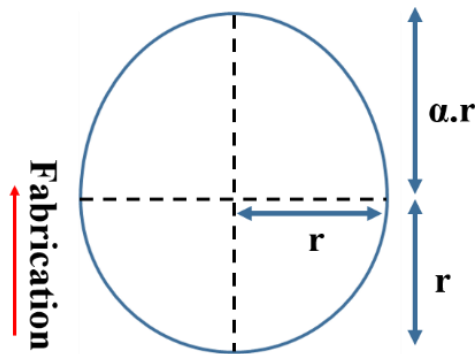


Figure IV-7: Morphologie de défaut à la section maximale.

Les rayons r explorés ont pour but de générer des défauts submillimétriques en explorant les limites de la fabrication, et ont été fixés entre 75 et 450 μm en fonction des études. Comme au chapitre précédent, deux méthodes d'observation des défauts déterministes ont été utilisées : l'observation en métallographie et en tomographie rayons X.

IV.2.2. Méthodes de caractérisation des défauts

IV.2.2.1. Échantillons et morphologie des défauts déterministes programmés

En fonction de la méthode d'observation utilisée, ou de l'effet à observer, différents échantillons ont été fabriqués (Tableau IV-1) Pour la tomographie, des cylindres de 3 mm de diamètre ont été réalisés avec des défauts ovoïdes à symétrie de révolution. La faible épaisseur du cylindre permet de limiter l'absorption de l'intensité incidente des rayons X. Pour la métallographie, les échantillons étaient rectangulaires et les défauts étaient des cylindres de 1mm de haut à section ovale, de manière à assurer l'observation simultanée de plusieurs défauts

après polissage. Tous les défauts sont fabriqués à la même hauteur, dans les mêmes conditions de fabrication. L'observation des défauts en métallographie nécessite de polir une épaisseur de 1.5 mm minimum pour qu'ils débouchent à la surface.

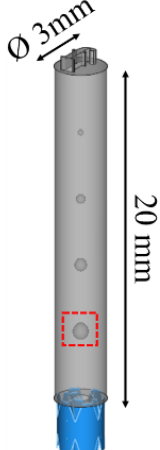
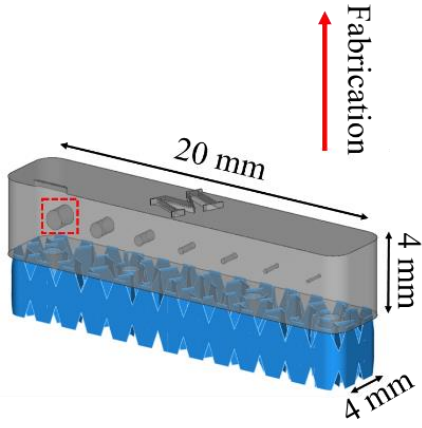
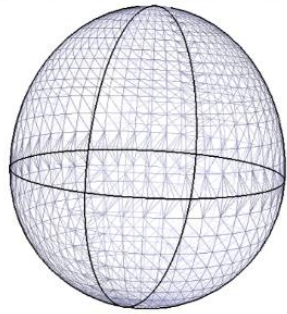
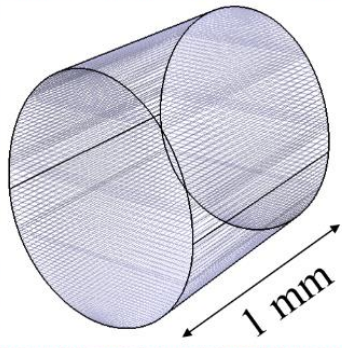
| Méthode d'observation | Tomographie | Métallographie |
|------------------------|--|---|
| Échantillons |  |  |
| Type de défaut interne |  |  |

Tableau IV-1: Modèle des échantillons créés pour la métallographie et la tomographie, et morphologie des défauts associés

IV.2.2.2. Analyse automatique en métallographie

Pour prendre en compte l'éventuelle irrégularité des défauts créés, une analyse automatique a été développée en langage Python pour mesurer tous les défauts déterministes observés sur des coupes 2D. Les défauts sont d'abord observés au microscope optique (Annexe V.6.1) après polissage, avec la même luminosité. À partir de clichés optiques (Figure IV-8 a) et b)) seuillés par la méthode d'Otsu [277], une ellipse est alors calculée à partir du moment centré chaque pixel appartenant au plus grand défaut (aire maximale). L'intersection de cette ellipse avec les deux droites verticales et horizontales passant par le barycentre du défaut définit la hauteur et la largeur respectivement (Figure IV-8 c) et d)).

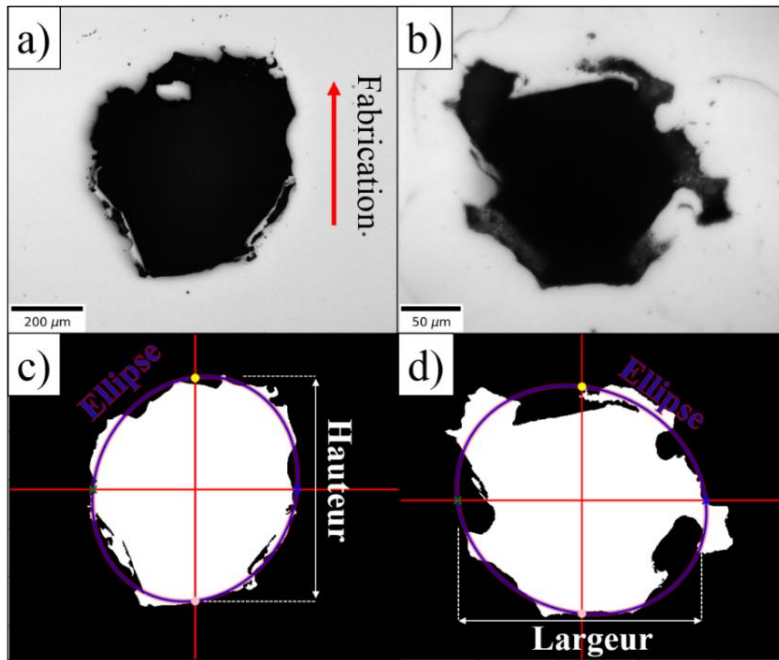


Figure IV-8 : a), b) Défauts déterministes observés en métallographie c), d) Images seuillées et mesurées après traitement automatique

En utilisant cette méthode de détection des défauts, une pseudo-rugosité peut être extraite des micrographies (Figure IV-9). La précision obtenue dépend de la résolution des clichés. La méthode consiste à détecter le contour du pore et à ajuster une ellipse de même moment quadratique (Figure IV-9 b)). Pour chaque pixel appartenant au contour, la distance entre ce point et l'ellipse, le long de la droite passant par le barycentre, est calculé. L'écart moyen (déviations standard) de l'évolution de la distance correspond alors à la rugosité Ra (Figure IV-9c)). Il est également possible d'obtenir tous les autres paramètres de rugosité, tels que le Rt (distance pic-vallée maximale).

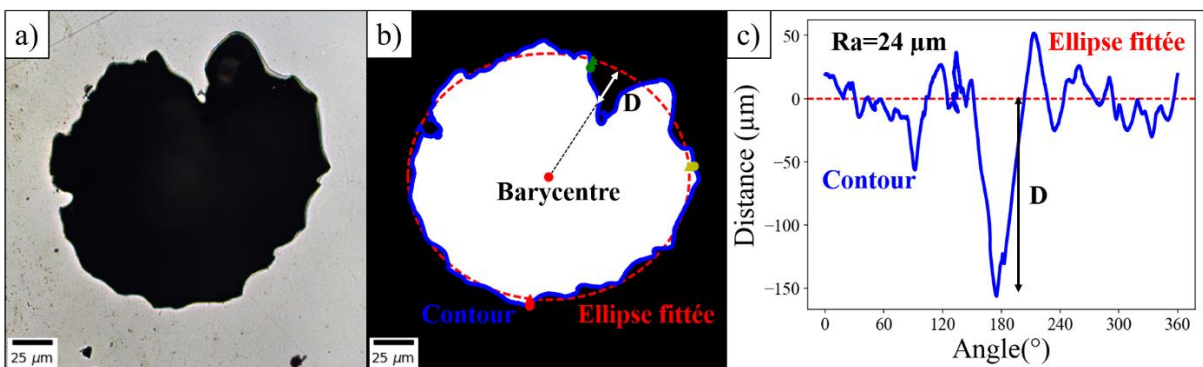


Figure IV-9: a) Défaut observé en métallographie b) Détection du contour et fit de l'ellipse de même moments quadratiques c) Calcul de la distance entre le contour et l'ellipse sur une plage angulaire de 360°

Une analyse de la pseudo-rugosité en Ra, effectuée sur un total de 90 défauts de tailles variables (75 à 450 μm de rayon), retourne une valeur moyenne de 19 μm. Cette valeur ne varie pas avec le paramétrage SLM. En revanche, la rugosité mesurée est plus importante pour les

grands défauts de rayon 450 μm (25 μm), et décroît linéairement avec la taille de défaut (14 μm pour les plus petits défauts de rayon 75 μm). Cette méthode de mesure de rugosité présente des limites, puisqu'un pore lisse dont la forme s'éloignerait de celle d'une ellipse retournerait une rugosité importante. Il conviendrait de mesurer l'écart à un contour lissé plutôt qu'à une ellipse parfaite pour mieux caractériser l'acuité des défauts créés. Malgré tout, la pseudo-rugosité des défauts caractérisés est globalement du même ordre de grandeur et l'analyse qualitative (en 2D ou en tomographie Figure IV-16 a) et Figure IV-17) nous permet de considérer que les défauts fabriqués possèdent tous des topologies de surface proches (même type d'accidents géométriques, même rugosité).

IV.2.2.3. Analyse en tomographie X

L'analyse tomographique des échantillons cylindriques a été réalisée pour les paramètres Tableau IV-2, permettant d'obtenir une résolution comprise entre 7 et 10 μm par voxel.

| Paramètre | Valeur |
|---|---------------|
| Tension (kV) | 180-195 |
| Courant (μA) | 31 |
| Filtre aluminium (mm) | 2 |
| Nombre de projections | 900 |
| Temps d'exposition par projection (μs) | 2000 |
| Gain (pF) | 1 |
| Distance source-objet (mm) | 30 |
| Distance source-détecteur (mm) | 600-900 |

Tableau IV-2: Paramètres d'acquisition pour l'observation tomographique des défauts déterministes

Après reconstruction des projections sur VG Studio, les séries d'images associées à chaque défaut ont été extraites et recadrées pour être exploitées sur Image J (Figure IV-10 a)). Du fait de la résolution, les grains de poudre dans les défauts déterministes sont résolus. Un filtre median 3D sur un rayon de 2 voxels permet d'homogénéiser le niveau de gris à l'intérieur des défauts en « floutant » les grains de poudre, pour mieux différencier le niveau de gris du défaut de celui de la matrice, et éventuellement filtrer des artefacts des clichés (Figure IV-10 b)). Chaque somme d'image a ensuite été seuillée avec le seuil d'Otsu (Figure IV-10 c)), puis les défauts ont été analysés (formes et dimensions) sur le logiciel *Fiji* avec le plugin *MorpholibJ* [278].

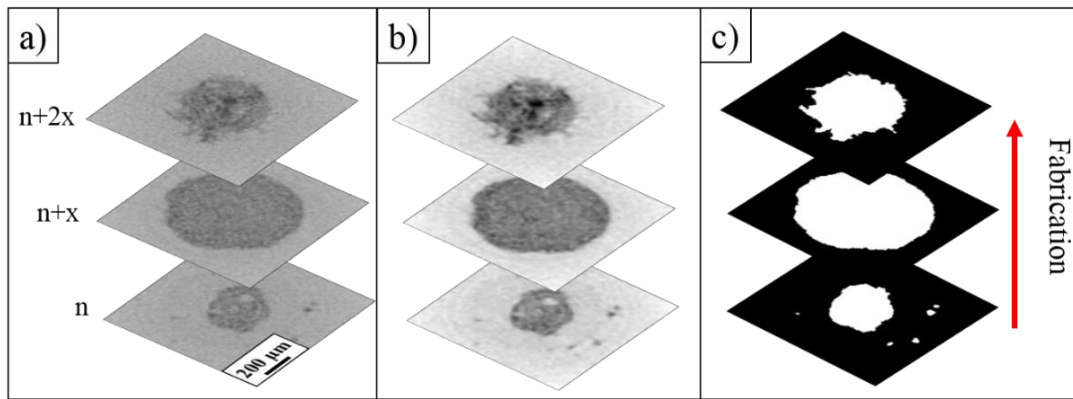


Figure IV-10: Clichés extraits d'un stack d'un défaut déterministe après a) reconstruction tomographique b) Filtre médian 3D c) Seuillage d'Otsu

IV.2.3. Optimisation des défauts déterministes

IV.2.3.1. Modèle de défaut

Une première série d'échantillons a été fabriquée avec comme objectif d'optimiser les données d'entrée du défaut (CAO), à savoir sa morphologie et sa position. Le fichier .stl des pièces a été maillé avec une précision de $0.1 \mu\text{m}$, plus fine que la résolution de la SLM de plusieurs ordres de grandeur. La position verticale du défaut a été choisie de manière à ce que chaque défaut modèle chevauche un maximum de zones à mi-couche. En effet, la position des vecteurs de lasage est calculée en fonction des contours du volume à la moitié de la hauteur de chaque couche (voir Annexe V.10).

La première approche logique visant à limiter l'effondrement serait de conserver le paramétrage laser constructeur et d'optimiser la géométrie du défaut afin de limiter l'effondrement. Cela consiste à augmenter le ratio α (Figure IV-7), pour programmer des défauts allongés. Ainsi, après effondrement de la partie supérieure, des défauts approximativement sphériques peuvent éventuellement être obtenus. Quatre rayons ont été testés, avec 6 rapports α .

- $r = 450, 350, 250$ et $150 \mu\text{m}$
- $\alpha = 1, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8$ et 2

Tous les paramètres laser ont été gardés constants, avec le paramétrage constructeur (voir Annexe V.11) pour un double contour avec du remplissage avec des couches de $30 \mu\text{m}$. Après fabrication et polissage des échantillons, l'observation automatique a révélé que la largeur des défauts n'évolue pas en fonction du rapport alpha, et est en moyenne $50 \mu\text{m}$ plus élevée que la consigne, sauf pour les défauts $r=150 \mu\text{m}$ qui présentent une largeur $25 \mu\text{m}$ inférieure à la consigne.

La Figure IV-11 décrit l'évolution des valeurs moyennes des rapports Hauteur/Largeur des défauts issues de mesures automatisées, effectuées sur 3 défauts par condition, en fonction du rapport α en consigne dans le modèle. La droite orange représente des valeurs théoriques pour un respect parfait des consignes dimensionnelles. On constate une augmentation moyenne linéaire du rapport Hauteur/Largeur avec le rapport alpha, mais ce dernier reste inférieur à la consigne, ce qui traduit un effondrement dans la partie supérieure des défauts.

L'effondrement d_{eff} dans la partie supérieure des défauts est très variable, et n'est pas constant entre les échantillons et les défauts. La valeur de l'effondrement est égale à la différence entre la hauteur du modèle et la hauteur mesurée automatiquement :

$$d_{eff} = r(1 + \alpha) - hauteur \quad Eq. IV-1$$

L'effondrement atteint en moyenne 120 μm pour les défauts à $r=150 \mu\text{m}$ avec une plus grande plage de variation, contre 0 à 60 μm pour les autres défauts. Cette variation importante de morphologie des plus petits défauts les rend difficilement utilisables (Figure IV-11 b)-d)) car difficilement reproductibles. Les dimensions des cordons fabriqués (environ 150 μm) étant proches de celles des défauts les plus petits, ces derniers sont très sensibles à la fluctuation des dimensions des zones fondues, qui n'assure pas de bonne reproductibilité.

L'évolution moyenne du rapport Hauteur/Largeur s'approchant de 1 pour les trois plus grandes tailles de défaut avec un rapport $\alpha \sim 1.2$, cette valeur a été conservée pour tous les défauts déterministes créés. Ce rapport de taille permet aussi de limiter la surface de la partie du défaut en contre-dépouille. Une adaptation des paramètres laser reste cependant nécessaire pour assurer la fabrication des défauts aux dimensions réduites ($r \leq 150 \mu\text{m}$).

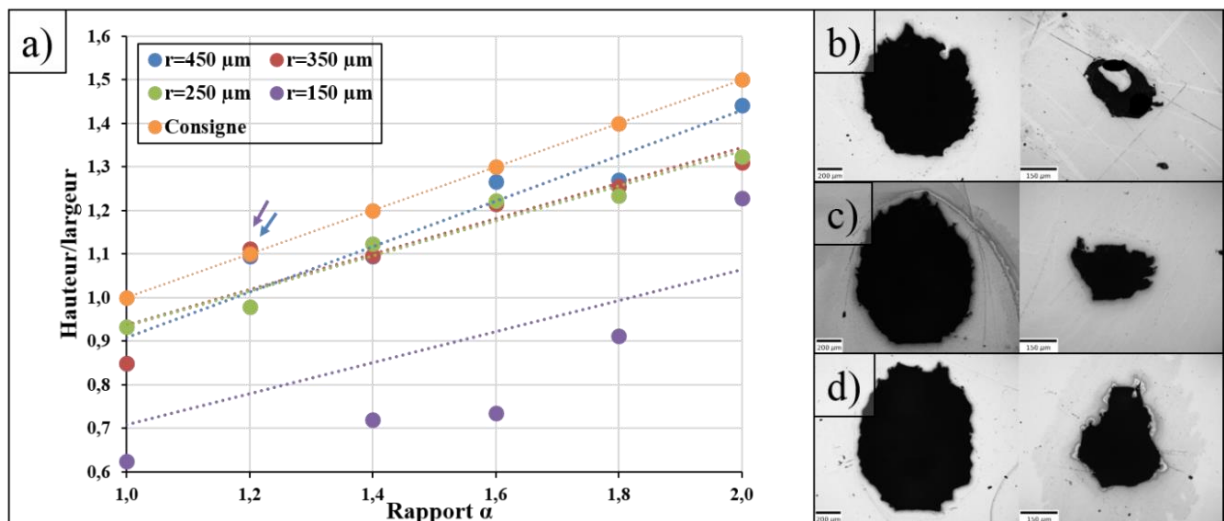


Figure IV-11: a) Évolution du rapport Hauteur/Largeur en fonction du rapport b) c) d) Cliché optique d'un défaut à $r=450 \mu\text{m}$ et $r=150 \mu\text{m}$ pour des ratios $\alpha=1.2, 1.6$ et 2 .

IV.2.3.2. Paramètres d'ordre énergétique

Les paramètres les plus influents sur la morphologie des défauts artificiels sont les mêmes que ceux qui agissent sur les dimensions de cordon. On peut donc supposer que des paramètres plus ou moins énergétiques, associés à la puissance ou la vitesse en contour ou en remplissage devraient conduire à des modifications plus drastiques des géométries des défauts.

IV.2.3.2.1. Paramétrage du contour

Pendant la fabrication, le contour définit non seulement les bords externes de la pièce, mais aussi ses bords internes, à savoir ceux du défaut-déterministe lui-même. Une modification des paramètres de contour est donc susceptible d'avoir une influence sur la morphologie du défaut créé. Le nombre de contours a été fixé à 2. Le chapitre III ayant montré que le contour pouvait contenir des défauts de fabrication, il est important de limiter son application, sans le retirer complètement. L'étude de De Terris [279] montre notamment que le contour est bénéfique pour minimiser la rugosité des pièces, mais peut contenir des défauts dans sa périphérie.

La VED de contour a été variable (Tableau IV-3) tandis que le remplissage a été maintenu identique pour tous les échantillons, avec une VED de 68 J.mm^{-3} (Tableau IV-4).

| Vitesse (mm.s^{-1}) \backslash Puissance (W) | 400 | 500 | 600 | 700 |
|---|------------------|-----------------|-----------------|-----|
| | 100 | 60 ¹ | 48 | 40 |
| 140 | 84 | 67 ² | 56 ² | / |
| 180 | 108 | 86 ² | 72 | / |
| 220 | 131 ² | 105 | 88 | / |
| 260 | / | 124 | 104 | / |

Tableau IV-3: VED de contour en fonction de la puissance et de la vitesse consignées (J.mm^{-3})

| Paramètre | Valeur |
|--|--------|
| Offset au modèle (μm) | 70 |
| Diamètre faisceau (μm) | 73 |
| Distance remplissage-contour (μm) | 0 |
| Puissance remplissage (W) | 200 |
| Vitesse remplissage (mm.s^{-1}) | 700 |
| Écart-vecteur remplissage (μm) | 100 |

Tableau IV-4: Paramètres laser additionnels de contour et de remplissage

L'augmentation de la VED de contour ne semble pas avoir d'impact sur la hauteur des défauts créés (Figure IV-12 a)), donc sur l'effondrement de leur partie supérieure. En effet, la hauteur des défauts reste globalement constante de 34 à 134 J.mm^{-3} pour les 4 dimensions de défauts créés. En revanche, l'augmentation de VED diminue considérablement la largeur des défauts (Figure IV-12 b)), avec une différence d'environ $300 \mu\text{m}$ entre les deux extrêmes énergétiques, pour les 4 rayons de défaut. La diminution en hauteur des défauts de petite dimension ($r \leq 250 \mu\text{m}$) pour les hautes énergies est liée à la fermeture latérale des défauts, cette dernière pouvant être complète. Leur hauteur et largeur sont alors égales à zéro.

L'augmentation de la VED de contour semble également nuire à la morphologie générale des défauts déterministes. Le passage d'une VED de 34 J.mm^{-3} (Figure IV-12 c)) à

¹ Paramètres constructeur

² Échantillon répété pour un remplissage moins énergétique : 175 W , 800 mm.s^{-1} (52 J.mm^{-3})

131 J.mm⁻³ (Figure IV-12 d)) fait disparaître le caractère arrondi de la forme inférieure du défaut. L'irrégularité et les grandes dimensions de cordons aux hautes énergies nuisent à la géométrie du motif réalisé, ainsi qu'à la reproductibilité du défaut. Une simple augmentation de l'*offset*, ou des dimensions du défaut modèle ne permettront pas de compenser convenablement l'augmentation en largeur des cordons du fait de leur variabilité dimensionnelle croissante avec leurs dimensions. De plus, les dimensions des cordons de contour augmenteront graduellement avec la quantité de poudre dans leur périphérie.

L'absence d'effondrement au sommet des défauts (voir flèches orange Figure IV-12 c) et Figure IV-12 d)) pour le paramétrage le plus énergétique peut être liée à la largeur réduite des défauts. En présence d'un volume plus réduit de poudre non fondue, le refroidissement du cordon réalisé au sommet du défaut est plus rapide. En conséquence, le métal liquide a moins de temps pour s'effondrer dans la poudre non fondue avant de solidifier.

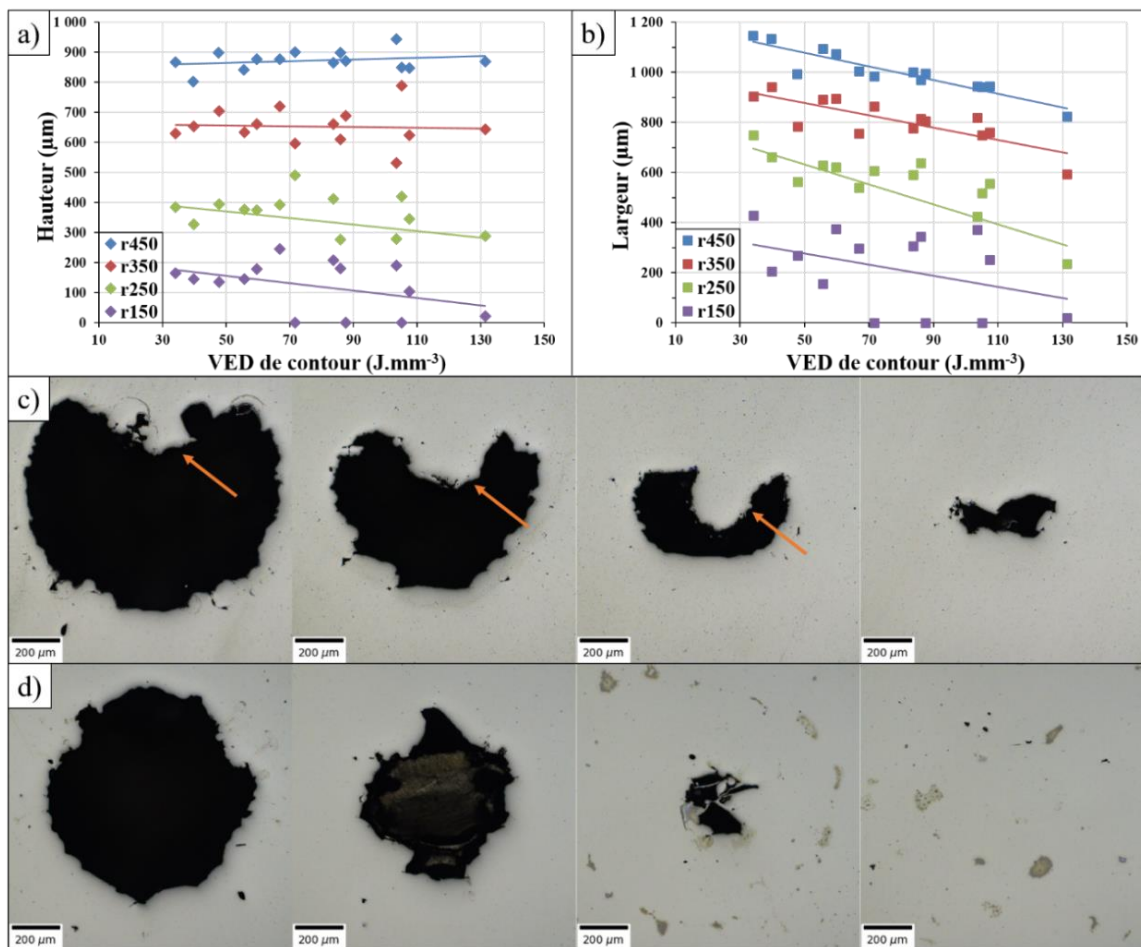


Figure IV-12: a) b) Évolution de la hauteur et de la largeur des quatre tailles de défauts déterministes avec la VED de contour, respectivement. Défauts fabriqués à r450, r350, r250 et r150 pour une VED de contour de c) 34 J.mm⁻³ et d) 131 J.mm⁻³. La partie centrale supérieure effondrée est indiquée par une flèche.

Agir sur le contour n'a qu'un impact réduit sur les défauts créés et ne permet pas de contrôler directement sur l'effondrement. Pour garantir une morphologie de défaut la plus proche possible du défaut modèle, des paramètres peu énergétiques doivent être privilégiés. Par la suite, la configuration de contour constructeur « 100W-400mm.s⁻¹ » a été conservée, en

réduisant légèrement l'offset du modèle (passage à 70 μm), de manière à se rapprocher des cotes.

IV.2.3.2.2. Remplissage

Les échantillons créés pour des VED de contour de 34, 56, 67, 86 et 131 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ ont été répétés avec une énergie de remplissage plus faible (passage de 68 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ à 52 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$), en réduisant la puissance et en augmentant la vitesse. Tous les défauts fabriqués suivent mieux la consigne, avec un effondrement fortement réduit, mis en évidence par la hauteur plus importante des défauts Figure IV-13 a).

L'effet le plus bénéfique est obtenu pour les petits défauts (r150), pour lesquels la réduction d'énergie de remplissage à 52 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ permet d'obtenir la réouverture alors qu'ils étaient complètement obstrués à 68 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ (Figure IV-13 b) et c)).

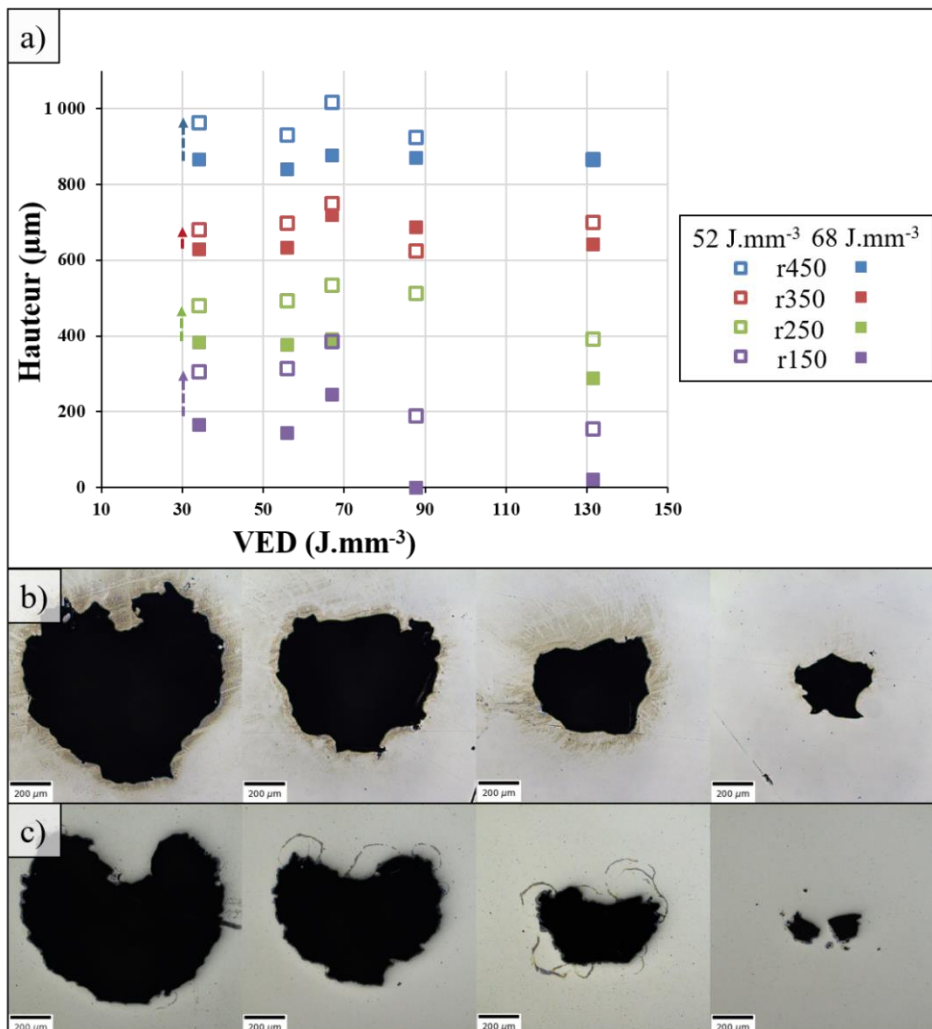


Figure IV-13:a) Évolution de la hauteur de défaut en fonction du VED de contour pour un remplissage à 52 et 68 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$. Comparaison des défauts de l'échantillon fabriqué à 56 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ en contour pour un remplissage à b) 52 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ c) 68 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$

La réduction de l'effondrement de la partie supérieure du défaut peut être expliquée sur un schéma illustrant les cordons de fabrication Figure IV-14 a). Lorsque la fabrication arrive à

la hauteur de création du défaut déterministe, les vecteurs de remplissage laissent place à des cordons de contour qui définissent les bords du défaut. Toutefois, aucun vecteur de contour n'est réalisé sur le sommet du défaut. Une fois l'intégralité des couches avec du contour effectuées, la fermeture du défaut est assurée par les cordons de remplissage (Figure IV-14 a)). La profondeur des cordons de remplissage pouvant atteindre 200 μm environ (Figure IV-14 b)), environ 170 μm de poudre peuvent être refondus en dessous de la couche en cours. De plus, le bain de fusion met plus de temps à solidifier dans la poudre du fait de sa faible conductivité thermique. Tout cela contribue à l'effondrement de matière observé précédemment. En réduisant la VED, les dimensions de cordons au sommet du défaut sont réduites, ce qui limite l'effondrement du bain liquide dans la poudre non fondue. **Il convient donc de minimiser l'énergie apportée par le laser sur un certain nombre de couches au-dessus du défaut, de manière à éloigner le remplissage.**

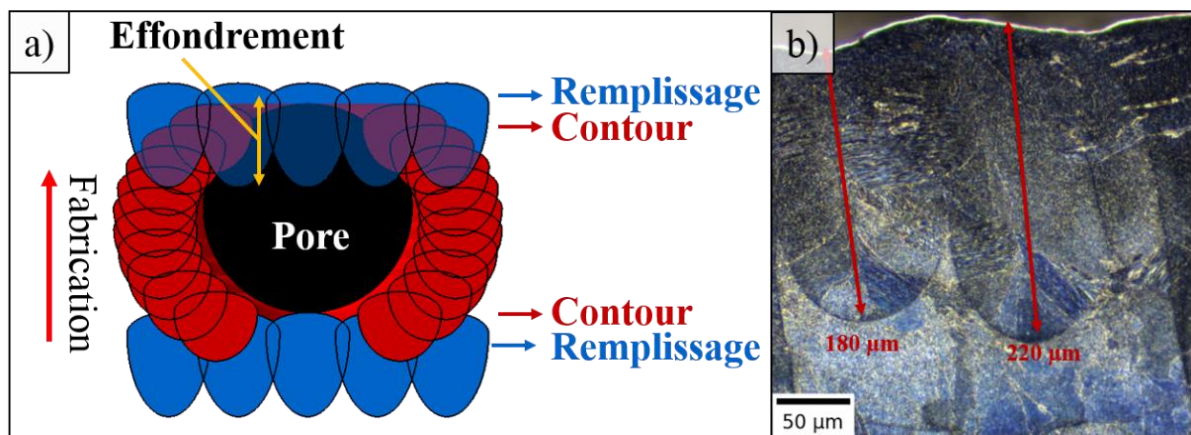


Figure IV-14: a) Schéma en coupe de l'alternance du remplissage et du contour aux abords d'un défaut déterministe au fil de la fabrication. b) Cordons de remplissage effectués à 200W et 700 mm.s⁻¹. Les dimensions relatives des cordons de remplissage et de contour ne sont pas à l'échelle.

IV.2.3.2.3. Downskin

Le groupe de lasage *downskin*, décrit au chapitre I, permet d'adapter les paramètres laser appliqués dans les zones en contre dépouille. Comme les autres groupes de lasage, la majeure partie des paramètres laser en *downskin* peuvent être réglés indépendamment pour le contour et le remplissage. En plus de ces paramètres, il est possible de régler la quantité de *downskin* et le critère angulaire, qui définit l'angle minimum entre 2 vecteurs de lasage successifs dans le contour et le plateau de fabrication. Si cet angle est inférieur au critère, alors le *downskin* est appliqué (Figure IV-15, 59° par défaut). La quantité de *downskin* définit le nombre de couches successives où les paramètres *downskin* sont appliqués après la détection d'une zone en contre dépouille. En revanche, le paramétrage laser utilisé en *downskin* n'est pas censé être suffisamment énergétique pour densifier complètement la matière. La poudre sera partiellement fondue ou frittée, et c'est seulement le recouvrement de la zone *downskin* par des cordons lasés à plus grande VED qui permettra de minimiser la porosité. Le groupe *downskin* agit donc comme une barrière au remplissage (voir Figure IV-15) pour éviter l'effondrement des cordons, limite la fusion de la poudre sous-jacente, tout en assurant une meilleure conductivité du matériau en le resolidifiant-frittant partiellement.

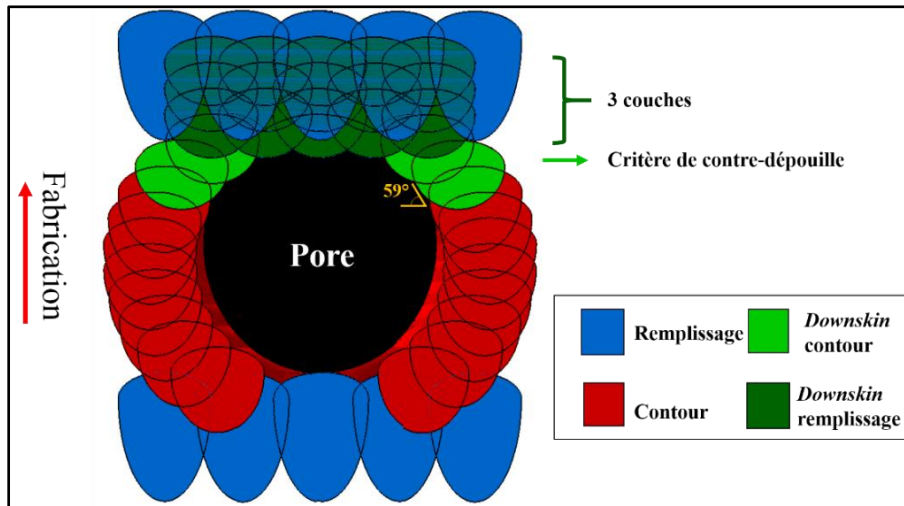


Figure IV-15: Schéma en coupe de l'alternance du remplissage et du contour avec les paramètres « classiques » et downskin.

Pour caractériser l'influence du *downskin* sur l'effondrement et la morphologie des défauts, une étude paramétrique a été menée en faisant varier la quantité de *downskin*, ainsi que les paramètres de puissance/vitesse/écart-vecteur. Le remplissage et le contour *downskin* ont été paramétrés avec les mêmes puissances et vitesses. Les VED' de *downskin* de chaque échantillon, ont été calculées avec la formule de Vandebroucke (Eq. I-11) pour prendre en compte la variation de l'écart vecteur, et sont reportées Tableau IV-5. Les échantillons ont été fabriqués avec 7 rayons de défauts différents pour explorer les limites de la fabrication : 450, 350, 250, 150, 125, 100, et 75 μm . Les paramètres de contour et de remplissage classiques ont été gardés constants pour tous les échantillons (Tableau IV-6).

| Puissance (W) | 100 | | 75 | |
|---------------------------------|-------------------------------|-----------------|------|-----------------|
| | Vitesse (mm.s ⁻¹) | 1000 | 1250 | 1250 |
| 3 | 42 | 33 | 25 | 19 |
| 5 | 42 ¹ | 33 ¹ | 25 | 19 |
| 7 | 42 | 33 | 25 | 19 |
| 9 | 42 | 33 | 25 | 19 ¹ |
| Écart-vecteur (μm) | 80 | 80 | 80 | 90 |

Tableau IV-5: VED' de downskin (en J.mm⁻³) des échantillons fabriqués en fonction du paramétrage laser downskin

| | Contour | Remplissage |
|---------------------------------|---------|-------------|
| Écart-vecteur (μm) | 60 | 100 |
| Puissance (W) | 140 | 200 |
| Vitesse (mm.s ⁻¹) | 500 | 800 |

Tableau IV-6: Paramètres de remplissage et de contour appliqués standard

¹ Échantillon cylindrique pour tomographie également fabriqué pour le même paramétrage *downskin*

Tous les défauts fabriqués dans les 16 échantillons ont pu être observés après polissage. Les dimensions de chaque défaut ont été mesurées automatiquement et comparées à la hauteur cible du modèle 3D (données brutes de hauteur mesurée en Annexe V.13). L'effondrement moyen dans chaque échantillon est reporté Figure IV-16.

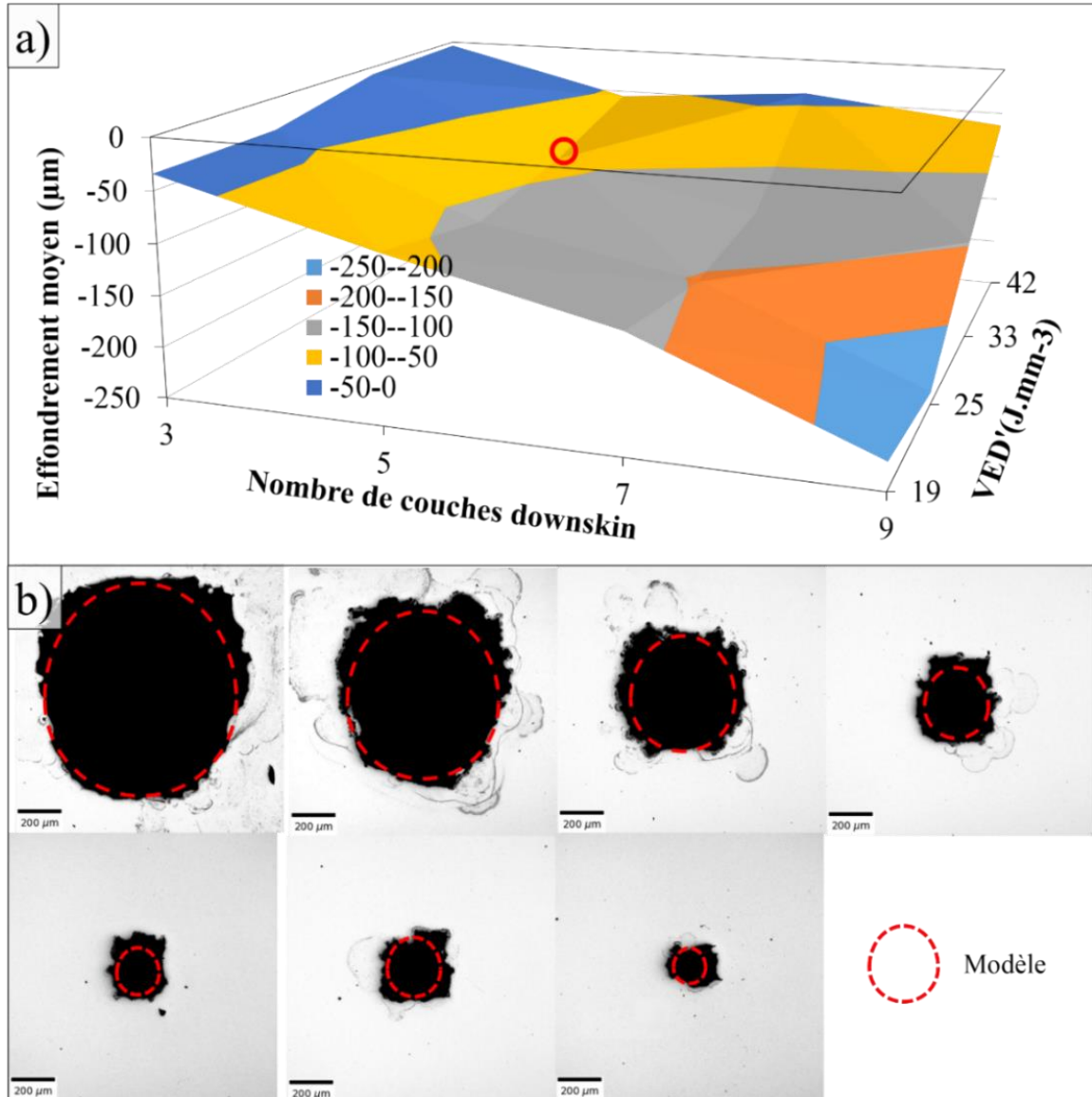


Figure IV-16: a) Évolution de l'effondrement moyenné sur les 7 défauts pour chaque couple couches-énergie du Tableau IV-5. Le résultat moyen obtenu pour le paramétrage 5 couches-33 J.mm⁻³ est cerclé en rouge b) Comparaison de la taille de défaut avec le modèle 3D.

La valeur d'effondrement est négative, car les défauts obtenus étaient plus hauts que la consigne. La différence avec le modèle tend à augmenter en utilisant plus de couches *downskin* et des VED' plus faibles. En revanche, aucune différence sur la largeur des défauts n'a été observée en fonction des paramètres de *downskin*, seul le contour classique influant sur cette grandeur. Les 7 défauts de l'échantillon fabriqué avec 5 couches *downskin* à 33 J.mm⁻³ (5-33) sont comparés au modèle Figure IV-16 b). La hauteur du défaut est légèrement supérieure à la

consigne, mais tend à s'en rapprocher pour la dimension de défaut la plus réduite ($r=75$ Figure IV-16 b).

L'observation qualitative des contours des défauts Figure IV-16 b) ne semble pas indiquer de différence d'acuité entre les défauts de grande et petite dimension. Les accidents géométriques issus de la fabrication sont liés à la taille des cordons et à la granulométrie de la poudre, et sont donc identiques pour toutes les tailles de défauts.

Les échantillons 5-42, 5-33 et 9-19 ont été observés en tomographie pour caractériser la morphologie de défauts sphériques de rayons 450, 350, 250 et 150 μm . Les défauts fabriqués dans les 3 conditions et reconstitués en tomographie X et seuillés sont Figure IV-17. L'effet escalier (voir Figure I-6) devrait normalement être observé sur la surface des défauts. En raison de la résolution, et de la présence de grains de poudre dans le volume du défaut, la limite entre la partie dense de la pièce et le défaut est « floutée », ce qui lisse artificiellement la limite détectée entre le défaut et la partie dense, faisant disparaître les marches.

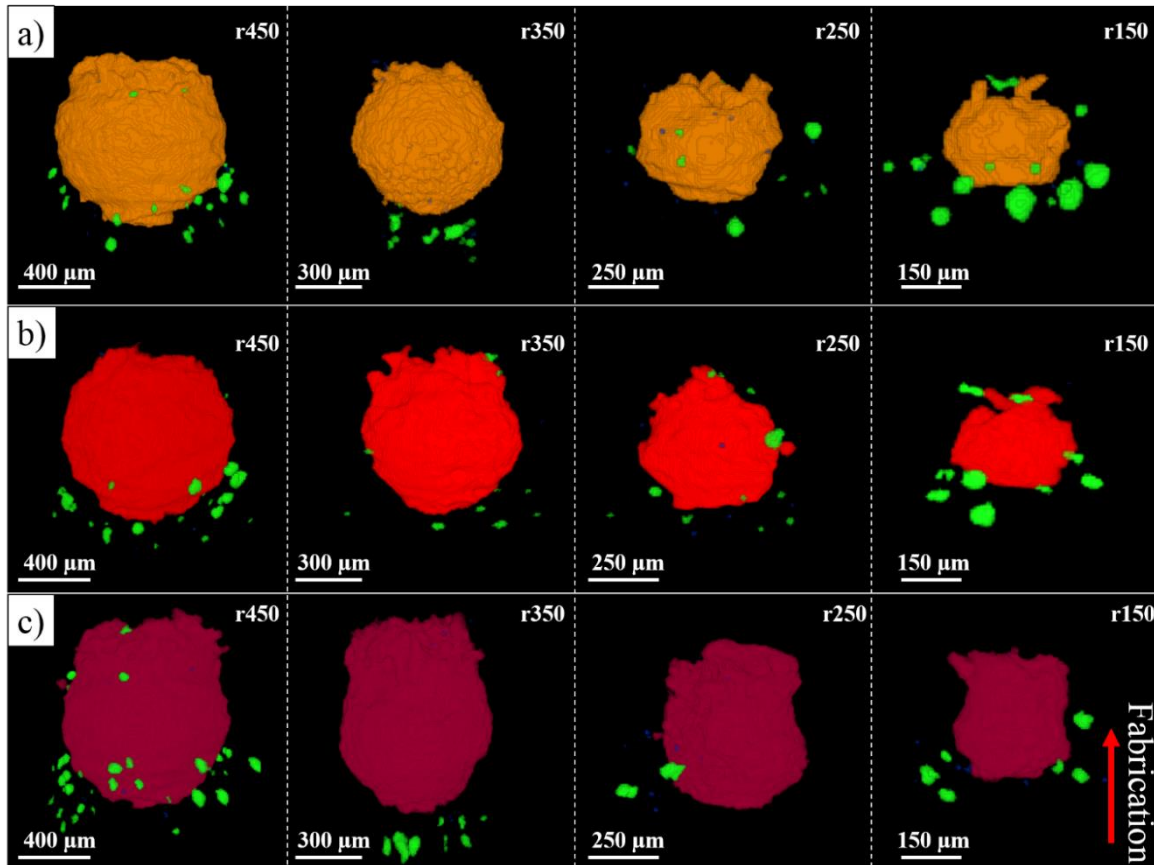


Figure IV-17: Défauts créés pour $r=450, 350, 250$ et $150 \mu\text{m}$ pour les échantillons a) 5 couches-42 J.mm^{-3} , b) 5 couches 33 J.mm^{-3} , c) 9 couches 19 J.mm^{-3} reconstitués, seuillés et colorés sur Python et Fiji. Vert = gaz (densité quasi nulle), orange/rouge=densité de la poudre, noir=matériau plein.

Dans les trois cas, de nombreux pores « satellites » de taille inférieure à $70 \mu\text{m}$ (en vert) sont disposés en couronne dans la partie inférieure et/ou latérale du défaut. Par contre, l'analyse des zones ne comportant pas de défauts déterministes n'a pas révélé de pores en tomographie. La morphologie sphérique et la localisation d'une partie des pores satellites indiquent un régime de *keyhole*. Les échantillons de cette étude ayant été fabriqués en mode *delay*, ces pores de

keyhole pourraient être localisés en bout de cordon de remplissage. De plus, contrairement aux défauts déterministes, ces défauts ne semblent pas contenir de poudre non fondue, ce qui facilite leur détection en tomographie (contraste avec la matrice plus important)

Si la partie inférieure des défauts fabriqués avec les 3 paramétrages reste identique, en revanche, la partie supérieure, identique pour les échantillons 5-42 et 5-33, est relativement allongée pour l'échantillon 9-19. Ce résultat était attendu d'après les analyses de métallographie Figure IV-16 a), où une différence de plus de 200 μm avec le modèle était observée, contrairement aux 50-100 μm pour les paramétrages à 33 et 42 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$. Le paramétrage à 19 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ conduit donc à une densification insuffisante du volume lasé en *downskin*.

La hauteur des défauts déterministes identifiés en tomographie a été mesurée à l'aide du plugin *MorpholibJ* sur le logiciel *Fiji* [278], avec une méthode de fit d'ellipsoïde analogue à celle présentée sur Python en 2 dimensions (voir en II.2.3). Ces données sont comparées à la consigne du modèle 3D et aux résultats en métallographie de l'échantillon 5-33 en Figure IV-18. Ces données montrent systématiquement une hauteur plus importante en métallographie, qui est due à la différence dans le modèle 3D des échantillons de métallographie (défauts cylindriques) et de tomographie (défauts sphériques). Du fait de la discrétisation des couches et des vecteurs de lasage, la hauteur maximale de défaut atteinte en tomographie sera inférieure.

D'après les données de hauteur des défauts mesurés en métallographie (Annexe V.13), la VED' de *downskin* de 33 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-3}$ conduit à une faible variation de l'effondrement entre les différents défauts créés, notamment pour 5 couches de *downskin*. C'est aussi le paramètre qui a montré la plus grande stabilité du défaut de rayon 75 μm avec le nombre de couches (voir Annexe V.13 et Figure IV-18).

Le paramétrage 5-33 est donc considéré comme le plus polyvalent pour permettre la création de défauts submillimétriques de tailles variables.

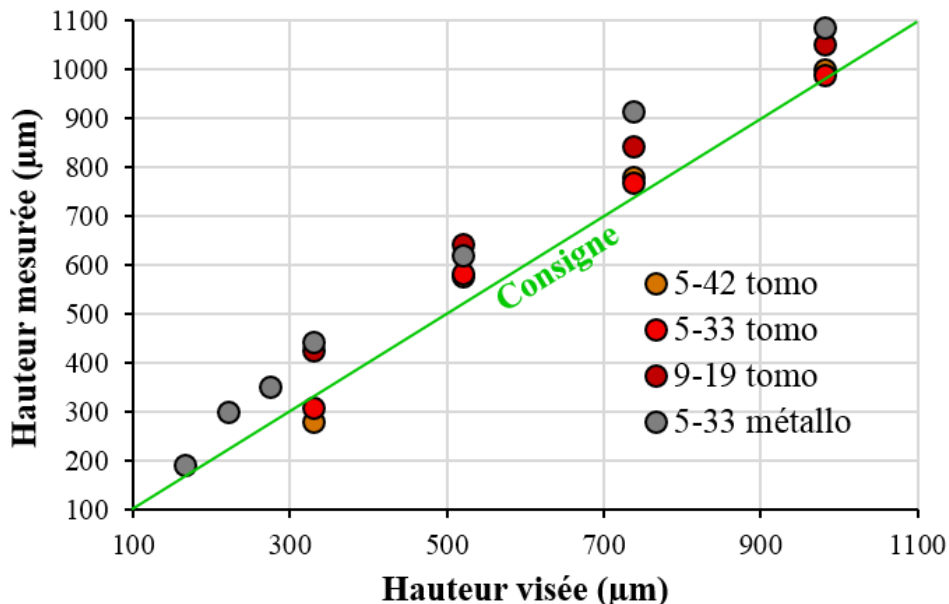


Figure IV-18: Évolution des tailles de défaut mesurées en tomographie avec la consigne

Le nombre de pores satellites, notamment en périphérie des défauts déterministes, nécessite cependant d'être minimisé. En effet, ceux-ci pourraient accroître le diamètre réel du défaut déterministe dans la direction orthogonale au sens de sollicitation lors d'un test de fatigue.

IV.2.3.2.4. Impact du mode *Skywriting*

Un second lot d'échantillons avec le paramétrage 5-33 a été fabriqué en mode *skywriting* puis observé en tomographie. La reconstruction des volumes et le seuillage des pores révèlent que la majorité des pores satellites formés avec le mode *skywriting* se situent en-dessous du défaut déterministe (Figure IV-19 a) et b)). Ces pores ont également des dimensions plus réduites que celles des défauts obtenus avec le mode *delay*, comme observé sur l'histogramme de distribution de taille Figure IV-19 c)). La persistance d'une petite quantité de pores satellites, malgré l'utilisation du mode *skywriting* n'est cependant pas totalement expliquée.

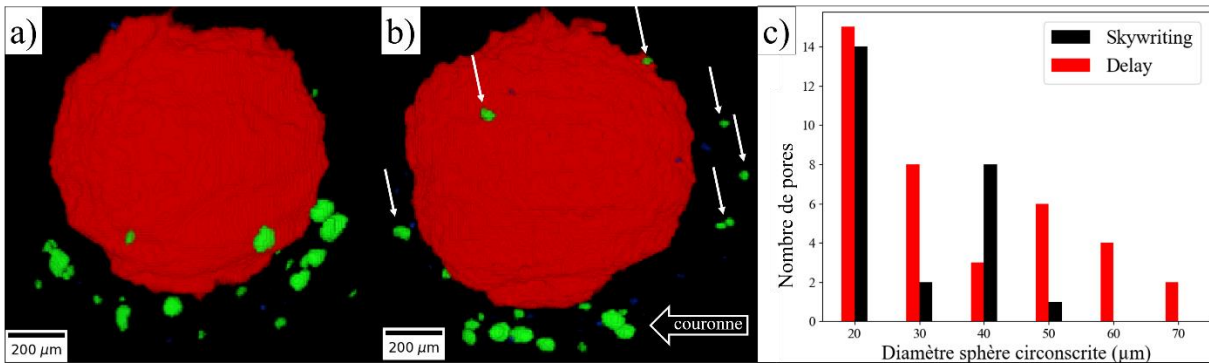


Figure IV-19: a) Défaut déterministe r450 fabriqué en mode delay b) Défaut déterministe r450 fabriqué en mode *skywriting*. c) Comparaison des dimensions des populations de pores satellites

Il est possible qu'un recouvrement trop faible entre remplissage et contour, ou un manque de poudre aux abords du contour à cause de la dénudation¹, puisse créer des petits pores de manque de fusion latéraux lors du lasage des vecteurs de remplissage, comme ceux indiqués par les flèches blanches Figure IV-19 b).

La couronne de pores en dessous du défaut, elle, pourrait provenir du contour (Figure IV-19 b)). Bien que le mode *skywriting* permette d'éliminer les phases d'accélération/décélération des vecteurs de remplissage, ce n'est pas toujours le cas pour le contour. Le contour, en apparence circulaire est une succession de courts vecteurs rectilignes de même longueur. Un critère angulaire détermine si le *skywriting* doit être appliqué entre 2 vecteurs de contour successifs (voir Figure IV-20). Il est appliqué uniquement si l'angle dépasse une valeur limite (Figure IV-20). La valeur de cet angle limite est une donnée protégée par le constructeur, mais on peut penser que dans notre cas, le contour de petits pores circulaires a été réalisé sans *skywriting*, du fait d'un angle faible entre les vecteurs. Lors du changement de vecteur, une décélération suivie d'une accélération s'enchaînent, laser allumé. Cet effet s'accroît pour des défauts de faibles dimensions, ou les contours décrivent des diamètres resserrés. En effet, pour une taille de vecteur fixée, l'angle entre 2 vecteurs successifs est plus important si ceux-ci décrivent un cercle de faible diamètre. La décélération et accélération qui en découlent sans application du

¹ : Voir description du phénomène en I.1.4.2.1 et Figure I-18.

skywriting seront alors plus importantes. Le tracé de ces vecteurs serait alors plus susceptible d'engendrer un régime de *keyhole*, et donc les pores associés.

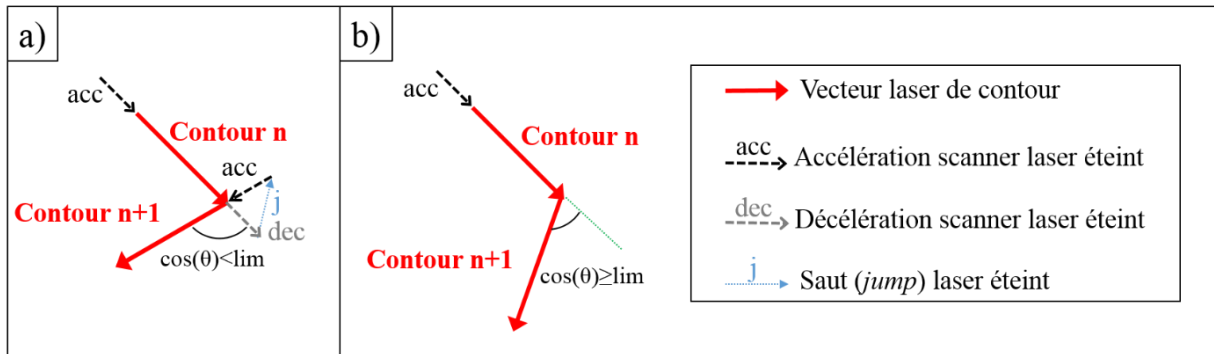


Figure IV-20: Schématisation de l'application du skywriting en fonction de l'angle entre 2 vecteurs successifs. a) Angle important, application du skywriting b) Angle faible, pas de skywriting

IV.2.4. Santé matière et microstructure de la matrice

La fabrication de défauts déterministes dans le but de caractériser leur impact en fatigue nécessite de s'assurer de l'absence d'autres défauts accidentels dans la matrice, pouvant atteindre des dimensions trop proches de celle des défauts déterministes créés, ou de la taille de grain moyenne.

IV.2.4.1. Population de pores et taille de grains

Le paramétrage laser de la matrice correspond au paramétrage « SI » déjà utilisé et caractérisé au chapitre précédent. Une grande partie des paramètres optimisés de fabrication est disponible en Annexe V.11.

La Figure IV-21 a) décrit la probabilité cumulée d'apparition de l'intégralité des pores observés sur une surface d'environ 144 mm² analysé dans le plan XY de fabrication. Sur les 1150 pores analysés, 97 % ont une taille inférieure ou égale à 10 μm (avec une résolution de détection de 0.69 μm). La Figure IV-21 b) décrit la fraction cumulée en aire de la taille de grains mesurée par EBSD dans le plan de fabrication et un plan perpendiculaire pour un échantillon optimisé. Compte tenu de l'aspect allongé des grains dans la direction de fabrication, leurs dimensions sont inférieures dans le plan XY que dans un plan aligné avec la direction de fabrication. Le plan XY est perpendiculaire à la direction de sollicitation pour des éprouvettes de fatigue fabriquées verticalement. C'est donc dans ce plan que les pores de la matrice sont susceptibles d'interagir le plus avec la microstructure dans le cas d'une sollicitation en traction uniaxiale. La lecture de la courbe verte Figure IV-21 b) montre que seuls 10% des grains ont une taille inférieure ou égale à 10 μm. La proportion de pores accidentels de dimensions supérieures à la taille de grain est donc relativement faible.

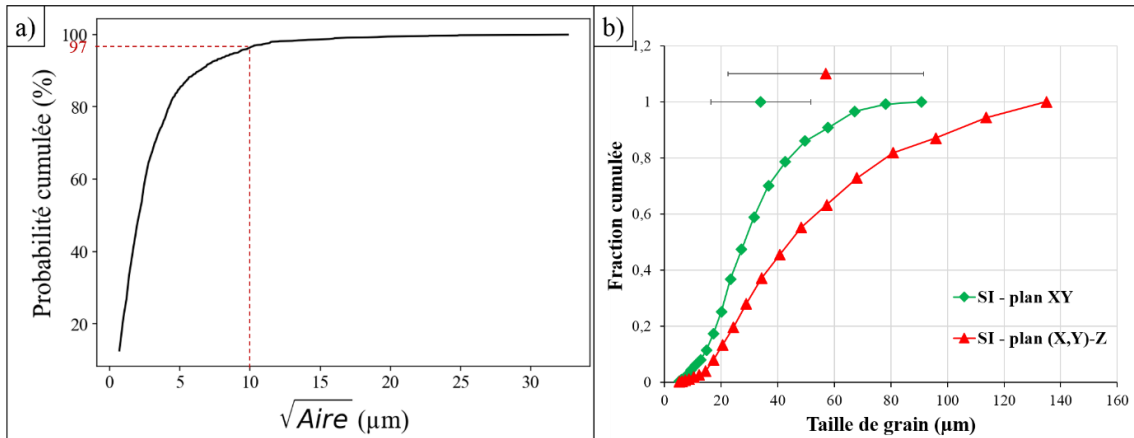


Figure IV-21: a) Probabilité cumulée d'apparition de pores pour des paramètres SLM optimisés b) Fraction cumulée en aire des tailles de grain dans les échantillons optimisés dans le plan XY et dans un plan parallèle à la direction de fabrication, avec visualisation de la taille de grain moyenne et déviation standard.

IV.2.4.2. Microstructure aux abords d'un défaut déterministe

La microstructure autour des défauts déterministes est légèrement inhomogène du fait du changement de paramétrage laser. La Figure IV-22 montre une cartographie EBSD de l'orientation cristallographique des grains aux abords d'un défaut de faible dimension fabriqué avec le paramétrage de l'échantillon 5-33. On constate la présence de grains de faibles dimensions dans la zone fabriquée en *downskin*, sur une hauteur légèrement inférieure à 100 μm . Ces grains de petite taille restent principalement présents dans la partie supérieure du défaut déterministe et sont liés aux faibles températures du *downskin*. Il n'est donc pas attendu que ces grains jouent un rôle dans la zone de section maximale du défaut dans le plan XY, où la sollicitation sera maximale. Les parties latérales fabriquées avec le paramétrage de contour laissent entrevoir le double passage du laser avec des grains en « U », sans différence majeure avec le reste des grains fabriqués avec les paramètres de remplissage dans le plan analysé.

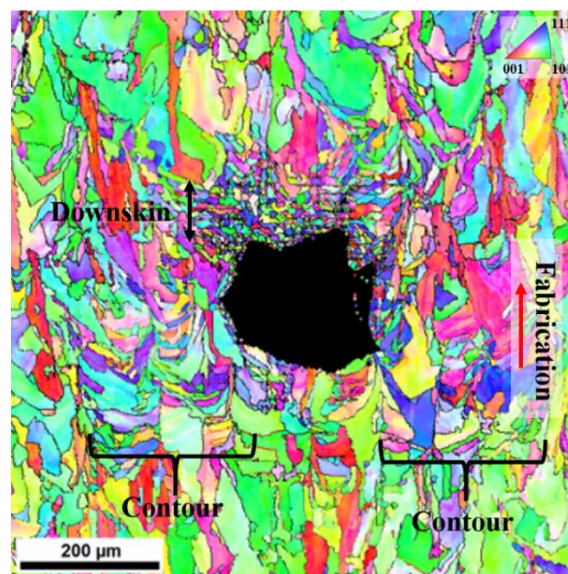


Figure IV-22: Cartographie EBSD d'un défaut déterministe de faible dimension ($r=105 \mu\text{m}$) de l'échantillon 5-33.

Une analyse plus fine des différences microstructurales (Figure IV-23) a été réalisée autour d'un défaut déterministe quasi-sphérique, sur faciès d'éprouvette de fatigue contenant un défaut de rayon 424 μm (voir description de l'éprouvette en Annexe V.9.3 et Tableau IV-7) poli post mortem dans le plan de fabrication, et découpé puis poli dans le plan perpendiculaire (voir Figure IV-23 a)). Les abords du défaut déterministe ont ensuite été observés en EBSD dans les deux plans (Figure IV-23 c) et d)) L'analyse EBSD permet de distinguer la zone de contour avec des grains plus fins orientés perpendiculairement à la direction de lasage locale (Figure IV-23 c)), avec une texture cristallographique semblable à celle de la zone de remplissage. Dans la zone de remplissage, la taille et la forme des grains pour des pièces fabriquées sans défaut Figure IV-23 b) ou avec défaut Figure IV-23 d) sont strictement similaires. La microstructure apparaît donc homogène à des distances proches des défauts (200 μm et plus), avec pour seule variation les grains alignés dans la zone du contour. Les mêmes différences microstructurales étaient constatées au chapitre III, et n'engendraient pas de différence notable sur la tenue en fatigue en présence de défauts naturels, en comparant des éprouvettes avec et sans contour.

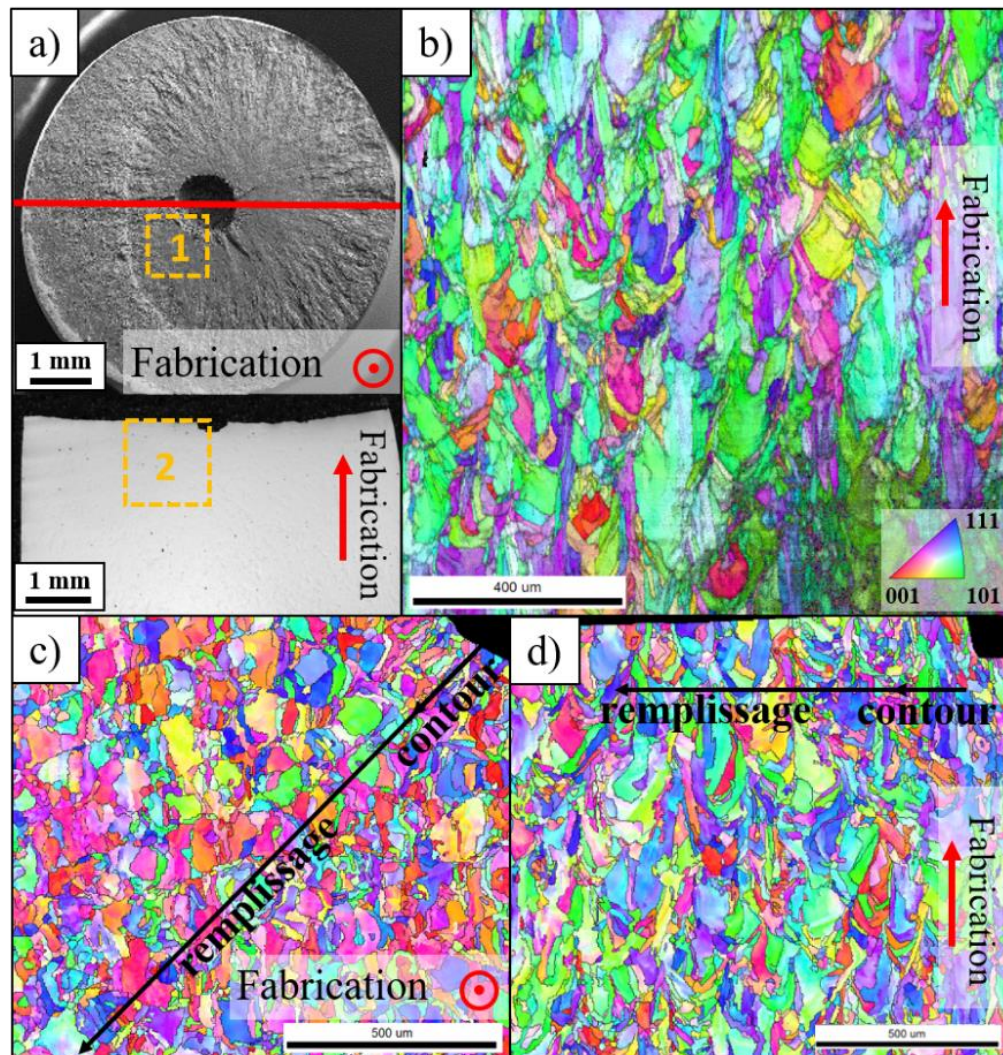


Figure IV-23: a) Plan de découpe de l'éprouvette contenant un défaut de rayon 424 μm et zones analysées en EBSD b) Microstructure dans la zone utile d'une éprouvette sans défaut c) Microstructure analysée dans le plan de fabrication (encadré 1 en a)) d) Microstructure analysée dans le plan perpendiculaire au sens de fabrication (encadré 2 en a)). L'éprouvette analysée porte la référence GP-2 (voir Tableau IV-7).

IV.2.5. Bilan de l'optimisation paramétrique

Dans cette partie, les paramètres de fabrication SLM ont pu être optimisés pour reproduire des défauts déterministes, jusqu'à des dimensions inférieures à 200 μm . Ces défauts sont susceptibles de présenter une faible proportion de pores satellites sphériques de 20 à 100 μm . Les défauts déterministes fabriqués sont reproductibles, dans le sens où ils conservent une hauteur et une largeur similaire d'un échantillon à l'autre, en gardant une même morphologie et position, avec une marge d'environ $\pm 50 \mu\text{m}$ sur leurs dimensions. Les défauts fabriqués, pour un même paramétrage, ne sont en effet pas strictement identiques, car leur morphologie est discrétisée par des grandeurs elles-mêmes variables :

- La dimension de cordons au voisinage du défaut peut être variable ($\pm 25 \mu\text{m}$) en fonction des conditions locales (épaisseur de la poudre, densité locale du lit de poudre...)
- Les grains de poudre (10-90 μm), ou des éjectas ($>100 \mu\text{m}$) peuvent s'agglomérer à la surface du défaut

Les défauts déterministes ne sont pas lisses, et présentent des topologies de surface qualitativement comparables entre différentes tailles de défaut. Cette rugosité importante provient de la poudre agglomérée sur les bords ($Ra \approx 10 \mu\text{m}$ usuellement pour une paroi lisse verticale), de l'effet escalier induit par la courbure locale du défaut, et de l'effondrement du bain liquide dans leur partie supérieure. Ces trois facteurs affectant tous les défauts créés de la même manière, l'état de surface sera considéré identique pour toutes les tailles de défaut explorées. Une fabrication utilisant des couches plus fines (typiquement 20 μm) pouvant réduire la rugosité des défauts n'a pas été envisagée ici, car elle nécessiterait une granulométrie de poudre plus fine, et augmenterait les durées de fabrications.

Bien que l'optimisation paramétrique puisse être poursuivie plus finement au niveau du contour et du remplissage *downskin*, la forme et les dimensions atteignables des défauts paraissent suffisantes et assez proches du modèle pour fabriquer des échantillons. L'étude du chapitre III avait montré les signes d'une prépondérance de l'amorçage interne pour un défaut de plusieurs centaines de micromètres. Cette condition peut donc être reproduite artificiellement, cette-fois-ci avec une porosité en surface et interne minimisées.

IV.3. Influence d'un défaut déterministe en fatigue

IV.3.1. Fabrication et caractérisation des échantillons

Pour caractériser l'influence des défauts déterministes créés sur la tenue en fatigue, des éprouvettes cylindriques de 6 mm de diamètre ont été obtenues en usinant des cylindres fabriqués verticalement en SLM (voir Figure IV-24 a) à c), et Annexe V.9.3), avec les paramètres optimisés donnés en Annexe V.11. Les cylindres fabriqués en SLM, utilisés comme brut pour les éprouvettes, contenaient donc un défaut déterministe aux positions et dimensions contrôlées. Comme pour les éprouvettes sans défaut du chapitre III, l'usinage a permis de s'affranchir de l'état de surface. En revanche, la rugosité interne à la surface du défaut déterministe ne peut pas être éliminée. Après usinage, un post-traitement thermique à 350°C sous argon pendant 2 heures a été imposé afin de relaxer les éventuelles contraintes résiduelles.

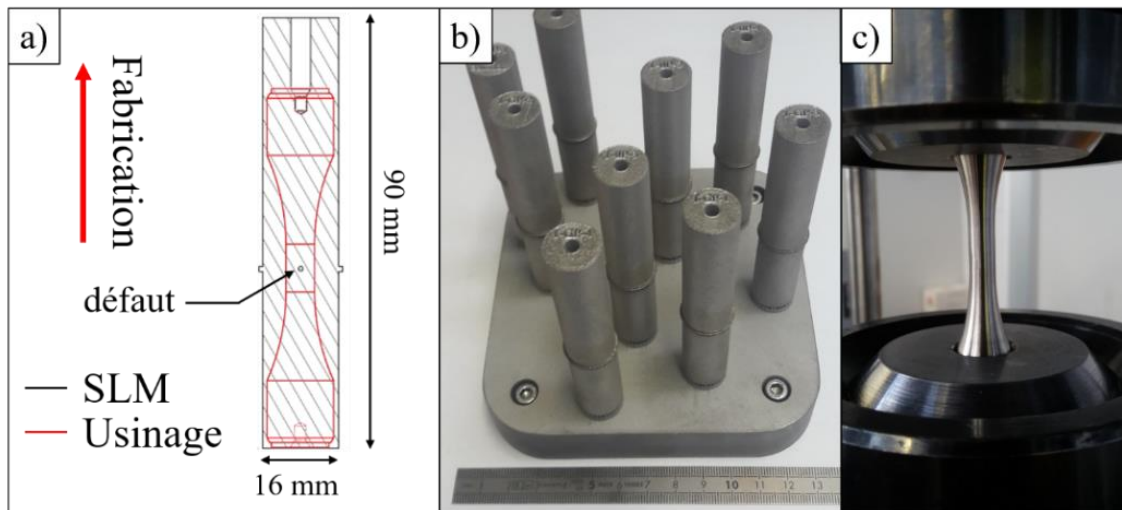


Figure IV-24: a) Plan du cylindre avec défaut centré et de l'éprouvette de fatigue b) Cylindres après fabrication SLM c) Éprouvette usinée montée sur vibrophore

Plusieurs tailles de défauts ont été testées, pour $r=105$, 214 , et $424 \mu\text{m}$. Ces dimensions diffèrent légèrement de celles de l'étude paramétrique, pour permettre d'aligner précisément les défauts au niveau des couches de fabrication et les reproduire les plus fidèlement possible, en positionnant leur section maximale à une hauteur de 32.5 mm dans les cylindres, correspondant au centre de la zone utile après usinage des éprouvettes. Pour les échantillons contenant des défauts de taille $r = 214 \mu\text{m}$, plusieurs distances entre le bord du défaut et le bord de la pièce ont été explorées : défaut centré ($\sim 3 \text{ mm}$), et décentré ($\sim 1.5 \text{ mm}$, $428 \mu\text{m}$ et $214 \mu\text{m}$). 7 échantillons de référence sans défaut déterministe insérés ont également été fabriqués. Les échantillons, leur nombre et leur nomenclature sont résumés Tableau IV-7 et Figure IV-25. Deux éprouvettes additionnelles « DU » (Défaut Usiné) ont été fabriquées à partir d'éprouvettes de référence sans défaut. Pour ces éprouvettes, un défaut artificiel hémisphérique débouchant de $300 \mu\text{m}$ de rayon a été introduit par micro-perçage (voir Figure IV-25), couvrant une aire approximativement égale à celle des défauts déterministes de rayon $214 \mu\text{m}$.

| Position \ Taille | Taille | | | | Préfixe du label |
|---------------------------|-------------|------|------|------|------------------|
| | Sans défaut | r105 | r214 | r424 | |
| Centré | 6 | 3 | 3 | 4 | / |
| 1,5 mm du bord | / | / | 3 | / | M- |
| 428 μm du bord | / | / | 3 | / | D- |
| 214 μm du bord | / | / | 3 | / | R- |
| Label du lot | 0P-x | PP-x | MP-x | GP-x | |

Tableau IV-7: Nombre d'éprouvettes fabriquées de chaque type et nomenclature.

Les acronymes 0P, PP, MP et GP correspondent à «Zéro», «Petit», «Moyen», «Grand» pore. Les préfixes M, D, et R des éprouvettes avec défaut moyen décentré sont les acronymes de «Milieu», «Diamètre» et «Rayon», et définissent la distance du défaut au bord de la pièce.

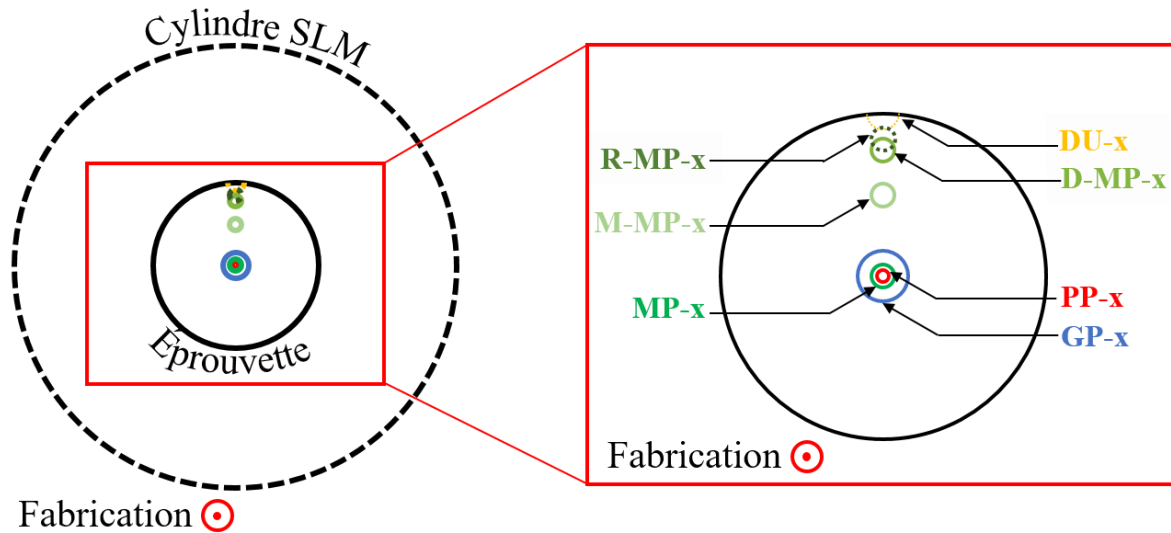


Figure IV-25: Nomenclature des éprouvettes en fonction de la taille et de la position dans la zone utile de l'éprouvette usinée dans le cylindre SLM

L'ensemble des éprouvettes ont été testées sur un Vibrophore (Annexe V.5.4), à un niveau de charge $R=0.1$ à la fréquence de 93Hz, en utilisant la méthode Locati¹. La rupture est détectée pour une chute de fréquence de -1Hz. Le palier de départ du Locati a été choisi inférieur à la limite de fatigue estimée à 10^6 cycles. La contrainte maximale à rupture a été calculée en suivant la même méthode que celle utilisée dans le chapitre précédent, d'après la formule de Nicholas en Eq. III-11.

IV.3.2. Récapitulatif des essais

Toutes les éprouvettes ont rompu dans la zone utile et seulement une éprouvette (GP1) a rompu dès le premier palier, à moins de 400 000 cycles et a donc été exclue des résultats. La moyenne des limites d'endurance mesurées à 10^6 cycles pour chaque lot est représentée Tableau IV-8. L'ensemble des données des essais est disponible en Annexe V.8.3.

| Lot | σ_f Moyenne (MPa) | Étendue (MPa) |
|-------------|--------------------------|---------------|
| OP | 485 | 108 |
| PP | 498 | 122 |
| MP | 448 | 34 |
| GP | 314 | 15 |
| R-MP | 420 | 22 |
| D-MP | 424 | 18 |
| M-MP | 427 | 28 |
| DU | 520 | 31 |

Tableau IV-8: Contrainte maximale moyenne à 10^6 cycles pour chaque lot et étendue des valeurs (maximum-minimum)

¹ Voir chapitre III

On constate des tenues similaires pour les lots OP et PP, avec des étendues très importantes (>100 MPa). Une décroissance nette de la tenue est observée avec la taille de défaut (MP et GP), avec une étendue également décroissante. La décroissance de l'étendue avec la taille de défaut est cohérente avec les résultats de la littérature [280]. En effet, le volume fortement sollicité augmente pour des tailles de défauts plus importantes. La probabilité de présence d'un maillon faible (zone d'amorçage) est donc accrue, ce qui diminue la dispersion des résultats. Les lots comprenant des défauts décentrés (R-MP, D-MP et M-MP) ne présentent pas de différences notables entre eux et ont une limite d'endurance proche de celle du lot MP. Enfin, le lot DU, curieusement, possède la limite d'endurance moyenne la plus élevée de tous les lots.

Pour analyser plus finement ces résultats, il est nécessaire d'observer les faciès de rupture pour notamment identifier les défauts critiques à l'amorçage de la rupture de chaque éprouvette.

IV.3.3. Influence de défaut interne centré

IV.3.3.1. Défaut critique

Toutes les éprouvettes des lots OP, PP, MP et GP rompues après essais de fatigue ont été analysées au microscope électronique pour observer la zone d'amorçage ainsi que d'éventuelles spécificités du faciès dans la zone de propagation. Toutes les éprouvettes d'un même lot ont montré le même type de faciès à rupture.

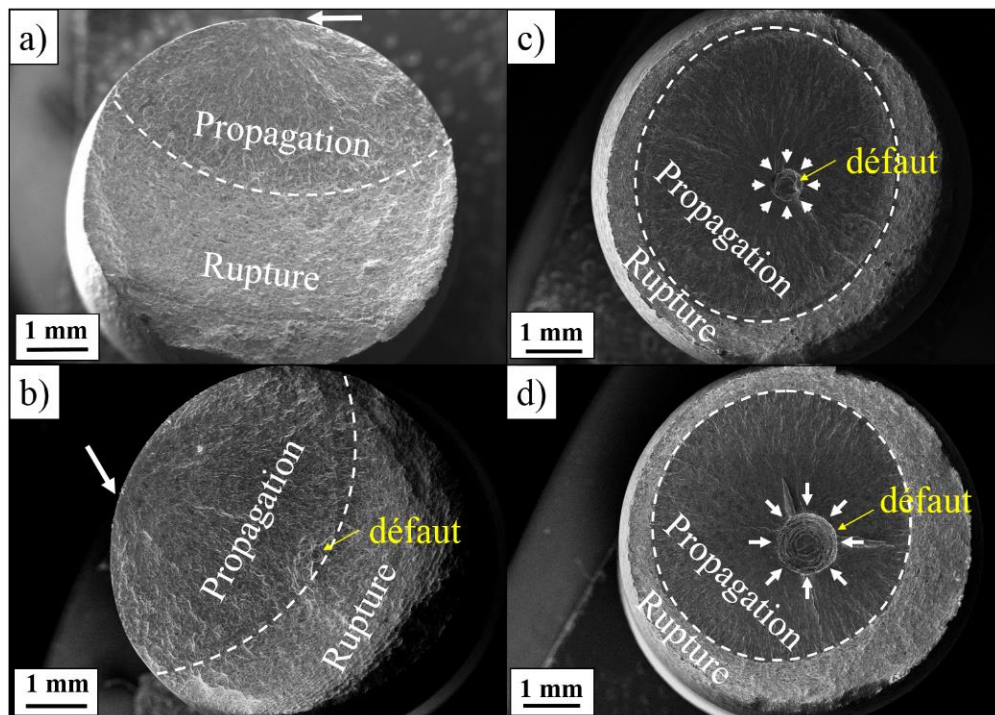


Figure IV-26: Faciès inférieur des éprouvettes a) OP-5 b) PP1 c) MP1 d) GP3. Les zones d'amorçage sont indiquées par des flèches blanches.

Pour le lot 0P, toutes les éprouvettes présentent un amorçage localisé en surface sur un défaut de faible dimension (Figure IV-26 a)). La rupture des éprouvettes du lot PP a également démarré à partir d'un défaut surfacique (Figure IV-26 b)), malgré la présence d'un défaut interne centré de 210 μm de diamètre. À partir des défauts de 428 μm de diamètre (éprouvettes MP et GP), l'amorçage a systématiquement eu lieu à cœur à partir d'un défaut déterministe, avec une propagation radiale de la fissure Figure IV-26 c) et d). **Les pores satellites ne se sont donc pas avérés critiques sur l'ensemble des éprouvettes observées, l'amorçage se faisant soit sur un défaut de surface (0P, PP) ou sur un défaut interne (MP, GP).** L'aspect radial de la fissure pour un amorçage interne sera comparé aux observations de la littérature en IV.3.4.1.

IV.3.3.1.1. Amorçage sur défauts de surface

La majorité des fractures ayant amorcé à la surface prennent leur origine sur un petit défaut circulaire connecté au bord de la pièce. Ces défauts peuvent être des inclusions (voir Figure IV-27 a) à c)), comme observé sur les faciès des éprouvettes de référence au chapitre III (Figure III-18). Il est également possible qu'il s'agisse d'éjectas fortement oxydés. Dans la suite de l'étude, ces particules seront qualifiées d'inclusions. Parmi tous les amorçages en surface, seule les fissures des éprouvettes 0P3 et PP1 n'ont pas amorcé sur une inclusion, mais sur un défaut ovoïde, possiblement de type manque de fusion. Les inclusions mesurent entre 10 et 30 μm de diamètre, ne sont pas solidaires avec la matrice et offrent un comportement mécanique proche de celui qu'un pore. D'autres inclusions moins nocives peuvent également être observées dans la zone de rupture, et restent emprisonnées dans la matrice après striction (Figure IV-28).

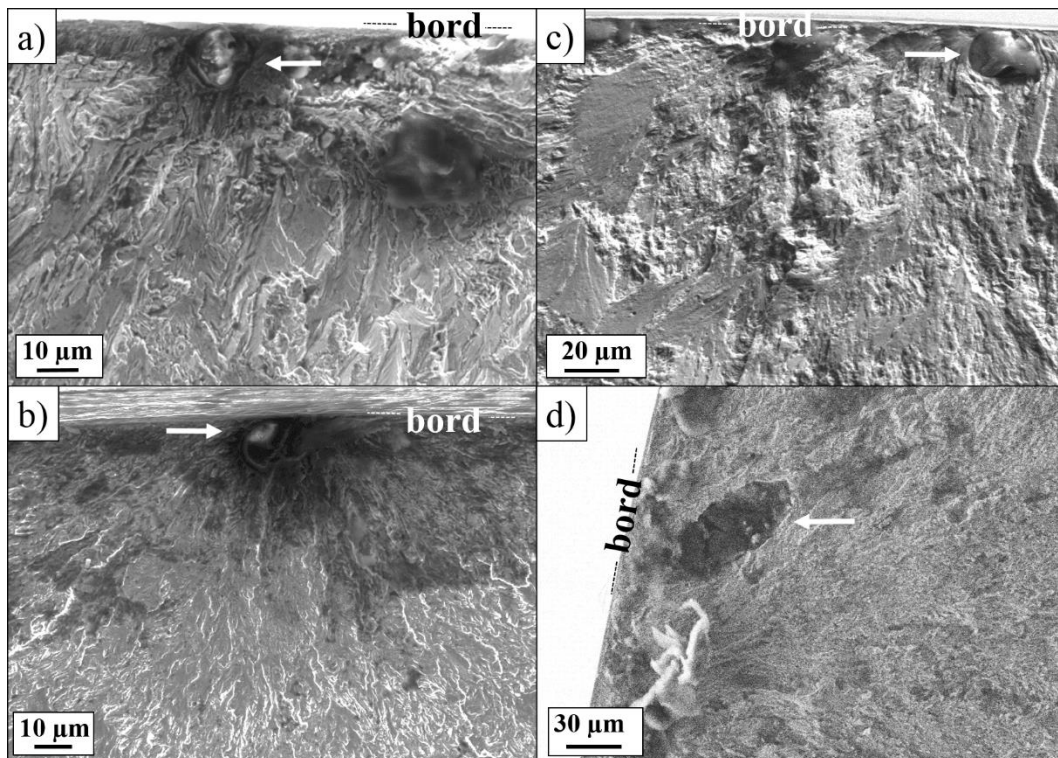


Figure IV-27: Faciès inférieur des éprouvettes a) 0P6 b) 0P1 c) PP2 d) PP1. La flèche blanche indique le défaut critique à l'amorçage.

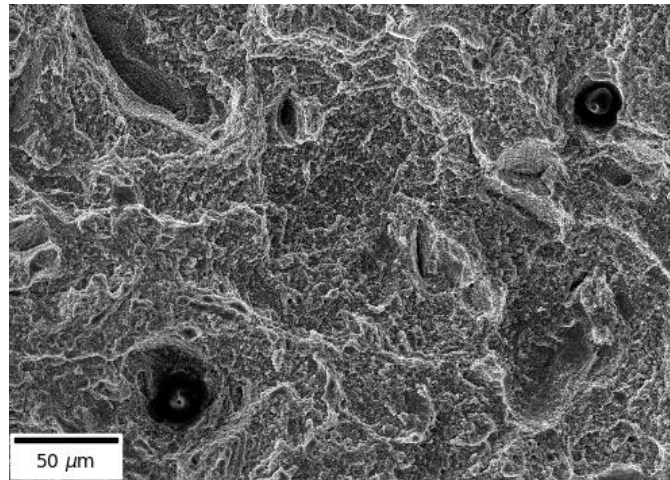


Figure IV-28: Inclusions dans la zone ductile de la rupture finale de l'éprouvette PP1

IV.3.3.1.2. Défauts déterministes

Pour chaque type de défaut déterministe centré, les 2 faciès de l'éprouvette rompue ont été observés Figure IV-29. Les 3 défauts présentent des morphologies similaires, avec des cercles concentriques dans la partie inférieure (Figure IV-29 a), c), e)), issus des trajectoires de contour. Le fond de chaque défaut laisse entrevoir la surface de cordons réalisés avec les paramètres de remplissage. La partie supérieure (Figure IV-29 b), d), f)) est elle aussi constituée de cordons concentriques, mais ces derniers sont partiellement masqués par de la poudre métallique agglomérée. Cette observation peut s'expliquer par les conditions de fabrication du défaut déterministe, où la partie supérieure, en contre-dépouille, est fabriquée au-dessus d'un lit de poudre pouvant plus facilement s'agglomérer aux cordons sous l'effet de la gravité. Compte tenu des dimensions des défauts sur le faciès, la rupture a eu lieu dans la zone de section maximale. Dans le cas particulier de l'éprouvette PP1 Figure IV-29 a) et b), le défaut déterministe de rayon 105 µm n'est pas à l'origine de l'initiation de la fissure mais se trouve simplement dans le passage de la fissure, qui a amorcé sur un défaut de surface.

Pour l'éprouvette PP1 Figure IV-26 b), le fond du défaut déterministe est visible sur le faciès de rupture malgré l'amorçage en surface. Autour de ce défaut, de nombreux pores satellites de *keyhole* pouvant atteindre 75 µm de rayon dans sa périphérie peuvent être observés. Il est possible que pour cette éprouvette particulière la fissure se soit préférentiellement propagée dans le plan contenant le plus de pores satellites autour du défaut déterministe, ce qui correspond également à la zone de section la plus réduite. L'influence de ces pores sur la durée de vie totale de l'éprouvette reste cependant négligeable, car l'amorçage a eu lieu en surface, et le défaut déterministe se situe à la limite de la zone de rupture finale de l'éprouvette. Les 2 parties de chaque pore satellite sont indiquées par des flèches de même couleur Figure IV-29 a) et b)). Leur distance au bord du défaut déterministe, et la présence de 2 pores satellites juxtaposés (indiqué par des flèches jaunes Figure IV-29 b)) tend à confirmer qu'ils proviennent du contour. Il est possible d'observer une différence dans la morphologie de la surface de ces pores. La partie inférieure tend à être en « vaguelettes » alignées (Figure IV-29 a)), tandis que la partie supérieure (Figure IV-29 b)) dessine des cercles concentriques. Cette différence peut s'expliquer par les mouvements convectifs du bain liquide différents vus par la partie inférieure et supérieure d'un pore de *keyhole* pendant la solidification du cordon [193]. Comme vu dans

l'étude précédente, ces pores satellites sont majoritairement observés autour des petits défauts déterministes, et peu sont présents autour des défauts plus larges et critiques en fatigue.

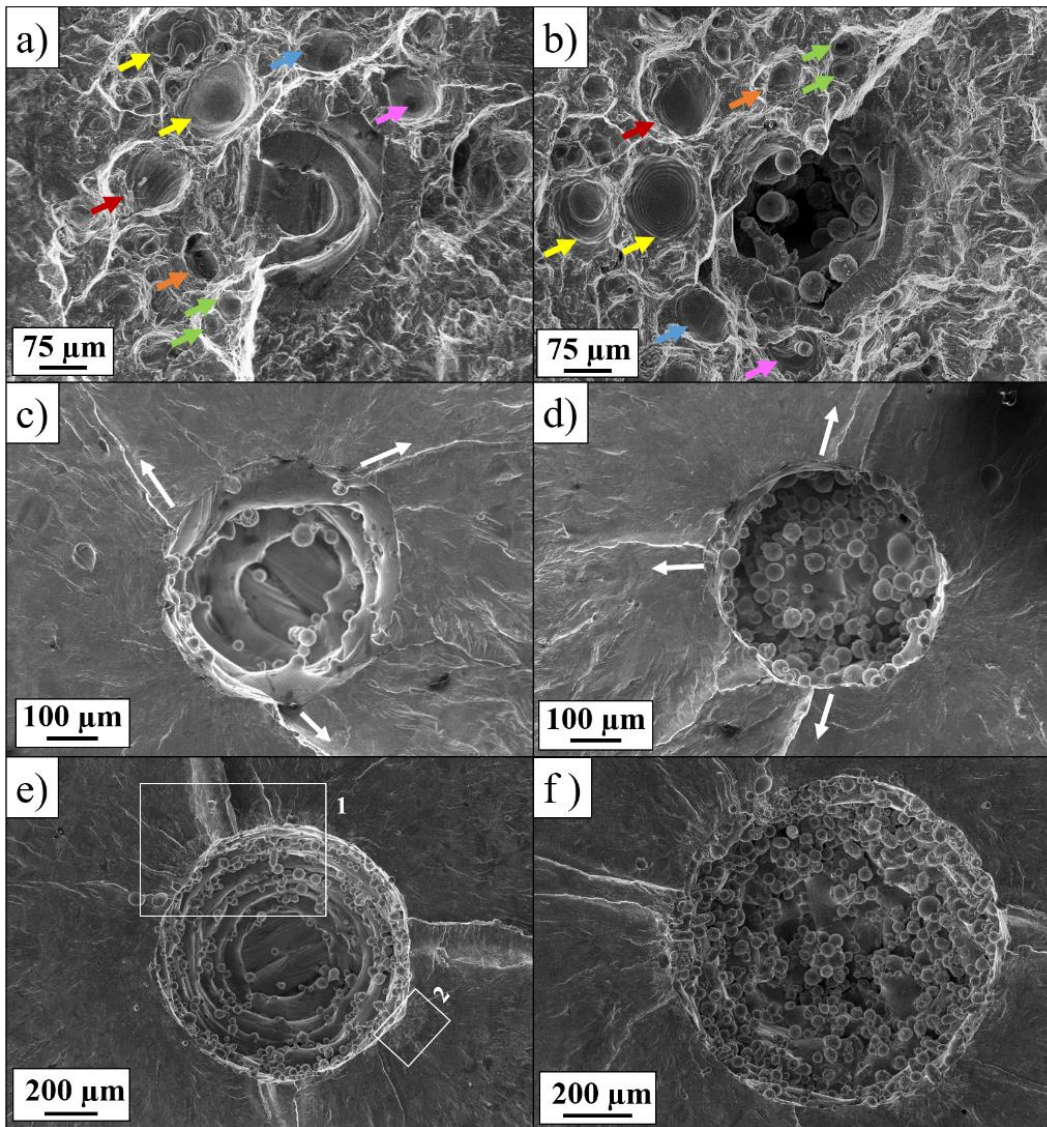


Figure IV-29: Observation de la partie inférieure et supérieure du défaut déterministe dans l'éprouvette a) b) PPI, c) d) MP2 e) f) GP3. Les 2 faces des pores satellites sont indiquées par des flèches de même couleur. Les flèches blanches indiquent les zones de connexion des différentes fissures proches de la zone d'amorçage.

La localisation de l'amorçage sur le pourtour du défaut artificiel n'est pas claire. Plusieurs fissures s'amorçant à partir du défaut déterministe peuvent être observées pour les éprouvettes MP et GP. Ces dernières peuvent être mises en évidence par les multiples connexions de fissures ou *ratchet marks*, qui se présentent sous la forme de lignes connectées au défaut déterministe, comme illustré le long des flèches blanches Figure IV-29 a) et b). L'examen à plus fort grossissement de la bordure du défaut déterministe en Figure IV-29 e) révèle en effet la présence de différentes zones d'amorçage séparées (Figure IV-30 a) et b), mises en évidence par leur contraste avec le reste de la zone de propagation de la fissure. Ces zones se caractérisent par une rugosité plus importante que la suite de la propagation, possiblement causée par la combinaison de multiples microfissures amorcées en bordure du

défaut (Figure IV-30 c) et d)). L'épaisseur de cette zone de début de fissuration ne correspond pas à l'épaisseur des deux cordons du contour, estimée à environ 150 μm -200 μm , soit le double des dimensions mesurées ici. De plus, ces zones sont localisées dans certaines zones autour du défaut et non présentes sur tout le pourtour. Chronologiquement, il peut être supposé que de multiples microfissures s'amorcent en bordure du défaut déterministe, où la concentration de contraintes locale est plus importante, puis se connectent en macro-fissures et propagent radialement.

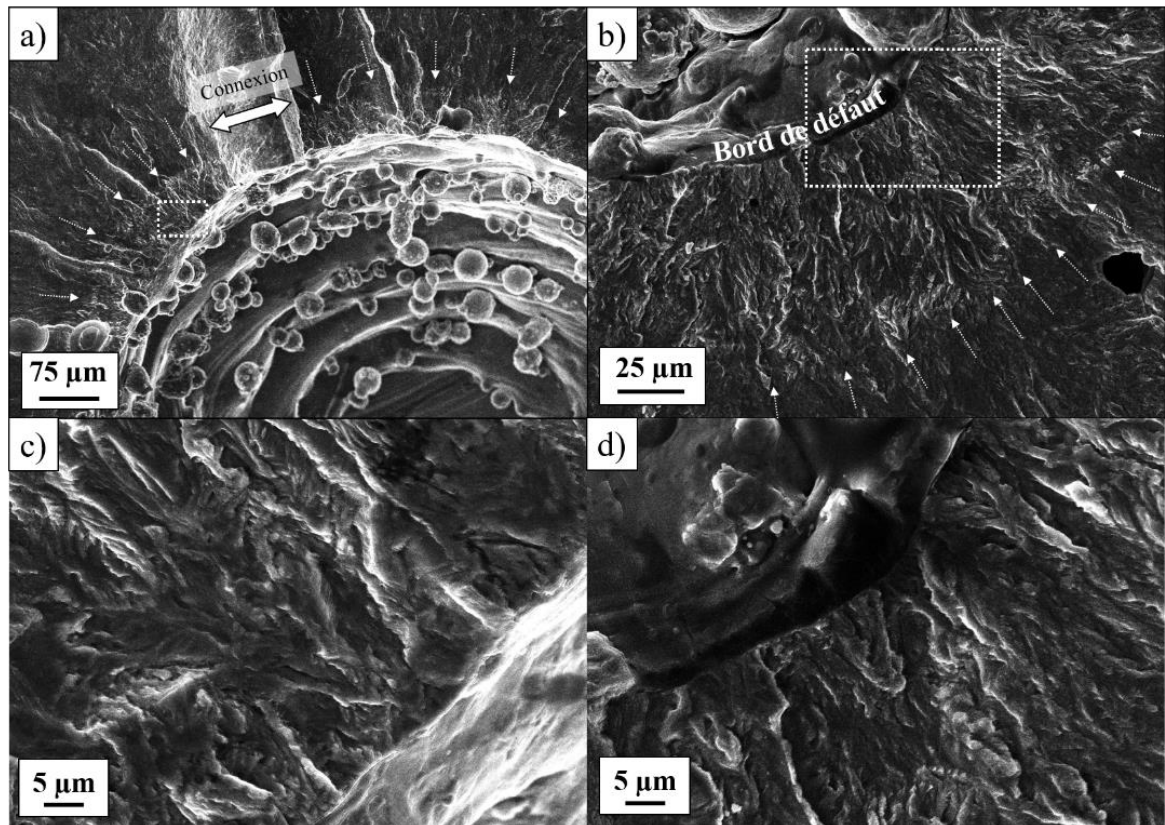


Figure IV-30: a), b) Gros plans dans les zones 1 et 2 Figure IV-29 e). c), d) Zoom dans les encadrés en a) et b).

IV.3.3.2. Compétition amorçage cœur-surface

Les défauts critiques à l'amorçage de chaque éprouvette ont été mesurés pour observer un éventuel lien avec la tenue en fatigue à 10^6 cycles. Les résultats sont reportés dans un diagramme de Kitagawa Figure IV-31. Contrairement à un diagramme de Kitagawa classique [172], le diagramme Figure IV-31 compare des défauts surfaciques et des défauts internes. Dans le cas des défauts déterministes internes, l'intégralité du défaut a été prise en compte pour qualifier la dimension du défaut critique à l'amorçage. Même si les dimensions approximatives des défauts déterministes sont connues car proches des dimensions en consigne, celles-ci ont été mesurées post mortem sur les faciès de rupture. Les dimensions en $\sqrt{\text{Aire}}$ des défauts des éprouvettes du lot MP sont comprises entre 387 et 396 μm (379 μm en consigne), tandis que celles des éprouvettes du lot GP sont comprises entre 787 et 832 μm (751 μm en consigne). Les valeurs réelles sont donc légèrement variables et supérieures à celles de la consigne mais demeurent relativement proches.

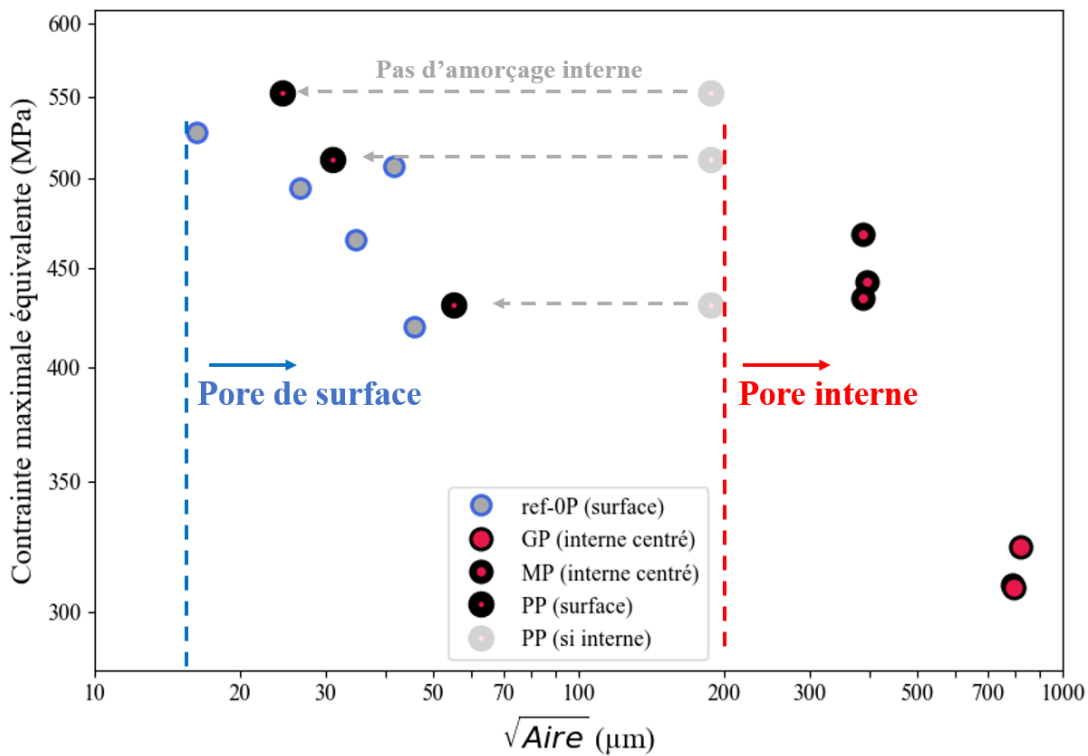


Figure IV-31: Diagramme de Kitagawa comparant la tenue en fatigue à 10^6 cycles avec la taille de défaut à l'amorçage (surfactive et interne).

On constate une évolution similaire entre la taille de défaut et la tenue en fatigue pour les éprouvettes de référence 0P et les éprouvettes du lot PP, avec un amorçage ayant systématiquement lieu en surface dès $16 \mu\text{m}$ en $\sqrt{\text{Aire}}$. **Pour les défauts internes, un seuil de nocivité apparaît pour des dimensions en $\sqrt{\text{Aire}}$ comprises entre 190 et 390 μm .** Ces résultats rejoignent les observations du Chapitre III, où un amorçage subsurfactive était constaté pour un défaut de $\sqrt{\text{Aire}}=385 \mu\text{m}$ environ, avec les mêmes tenues que pour des défauts de 40-70 μm . Pour le Chapitre IV, les mêmes tendances sont observées : **les éprouvettes contenant un pore interne artificiel de $\sqrt{\text{Aire}}=390 \mu\text{m}$ possèdent une tenue égale à celle des éprouvettes dont l'amorçage est localisé à partir d'un défaut naturel surfactive d'une taille comprise entre 40 et 60 μm .** En revanche, le niveau de contrainte maximale est 80 MPa plus élevé pour les éprouvettes du Chapitre IV, ce qui pourrait s'expliquer par l'acuité réduite des défauts artificiels générés, par rapport à celle des manques de fusion naturels du Chapitre III.

Le facteur d'intensité de contraintes ΔK_{crit} a été calculé en utilisant le critère de Murakami (Eq. III-4) sur le défaut critique identifié dans la zone d'amorçage (surfactive ou interne) pour toutes les éprouvettes. Dans le cas des éprouvettes PP1 à PP3, celui-ci est comparé au facteur d'intensité de contrainte obtenu pour le défaut déterministe artificiel centré ($\Delta K_{\text{dét}}$). Les résultats sont comparés Figure IV-32. Un amorçage sur défaut artificiel se traduit par un ΔK_{crit} compris entre 7 et 8 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, tandis que cette valeur est comprise entre 2.3 et 3.5 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pour un défaut naturel surfactive. La prépondérance de l'amorçage sur des défauts de faible dimension en surface, par rapport à des défauts internes plus larges, malgré une nocivité estimée plus élevée pour un défaut interne, tend à confirmer les observations du Chapitre III dans la compétition des manques de fusion interne et de surface sur l'amorçage. En

effet, le $\Delta K_{\text{dét}}$ compris entre 4.4 et 5.7 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pour les défauts déterministes des éprouvettes PP est 1.5 à 2 fois supérieur au ΔK_{crit} . Pour rendre compte de la faible nocivité des défauts internes dans le calcul du $\Delta K_{\text{dét}}$, le facteur C d'un défaut interne devrait être divisé par 2 et donc de 0.25 au lieu de 0.5. Dans ces conditions, la nocivité des défauts internes des éprouvettes MP et GP resterait supérieure au seuil d'amorçage en surface, et celle des éprouvettes PP deviendrait inférieure à celle des défauts surfaciques.

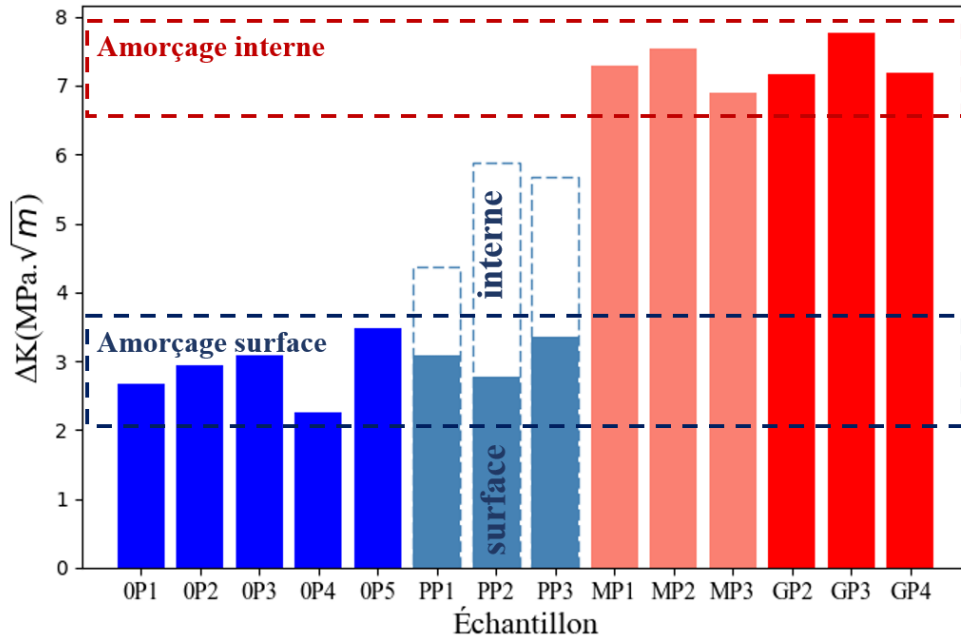


Figure IV-32: Comparaison des facteurs d'intensité de contrainte à l'amorçage pour les éprouvettes de référence et avec défaut déterministe centré.

IV.3.4. Influence de la distance au bord

La considération « cœur » ou « surface » n'inclut pas un éventuel effet de la distance entre un défaut interne et le bord de la pièce sur la tenue en fatigue. Pour quantifier cet impact, des éprouvettes de type MP ont été fabriquées en décentrant le défaut déterministe, en le positionnant à des distances égales à un rayon (R-MP), un diamètre (D-MP) et à mi-chemin entre le centre et la surface (M-MP). Deux éprouvettes additionnelles (DU) comprenant un défaut hémisphérique de diamètre 600 μm usiné en surface, avec une \sqrt{Aire} proche de celle des défauts déterministes (voir Figure IV-25) ont été réalisées. Ces éprouvettes ont ensuite été testées en fatigue avec la méthode Locati en appliquant un palier de départ de 300 à 340 MPa en contrainte maximale. Toutes les éprouvettes ont tenu un minimum de 5 paliers avant rupture.

IV.3.4.1. Faciès

L'ensemble des éprouvettes avec défaut déterministe interne a rompu à partir d'un amorçage sur le défaut interne. Un défaut de même dimension centré (donc à 3 mm du bord)

ayant été systématiquement observé à l'origine de l'amorçage pour les éprouvettes MP, le même résultat était attendu pour un défaut plus proche du bord, présentant une nocivité a priori égale ou supérieure. Les faciès de trois éprouvettes avec des défauts positionnés à une distance au bord différente sont présentés Figure IV-33 a) à c) avec un zoom sur le faciès autour du défaut. L'éprouvette avec défaut usiné est présentée Figure IV-33 d).

La propagation radiale de la fissure, et la présence d'une zone très plane de faible rugosité du défaut tend à se rapprocher de la morphologie typique d'un *fish-eye*. Ce type de faciès de rupture est généralement observé en fatigue gigacyclique où l'amorçage à cœur est répandu. La comparaison à l'optique du faciès de M-MP-3 et d'une éprouvette ayant amorcé sur un défaut interne en fatigue gicacyclique [281] met en évidence des similitudes et différences entre les différentes zones observées (Figure IV-34 a) et b)). Aucune ODA (*Optically Dark Area* [163]) ou FGA (*Fine Grain Area* [282]), caractérisée par un aspect sombre à l'optique et des microfacettes dans un rayon proche du défaut critique, n'est observée dans les faciès comprenant des défauts déterministes. Ces dernières sont généralement observées autour d'inclusions pour des faibles niveaux de sollicitation en fatigue gigacyclique [283]. En revanche, la zone définie par les pointillés oranges Figure IV-34 a) pourrait correspondre à la SA (*Smooth Area*) décrite par Stanzl-Tschegg [284]. Cette zone, relativement plane et brillante en observation optique, est susceptible d'être une zone de transition fissures courtes => fissures longues avec une propagation intragranulaire de la fissure à une vitesse très faible de l'ordre de 10^{-11} m.cycle⁻¹, inférieure à celle du stade II de Paris [285]. Au-delà de cette zone, la propagation de fissure continue radialement, comme dans un *fish-eye* en fatigue gigacyclique.

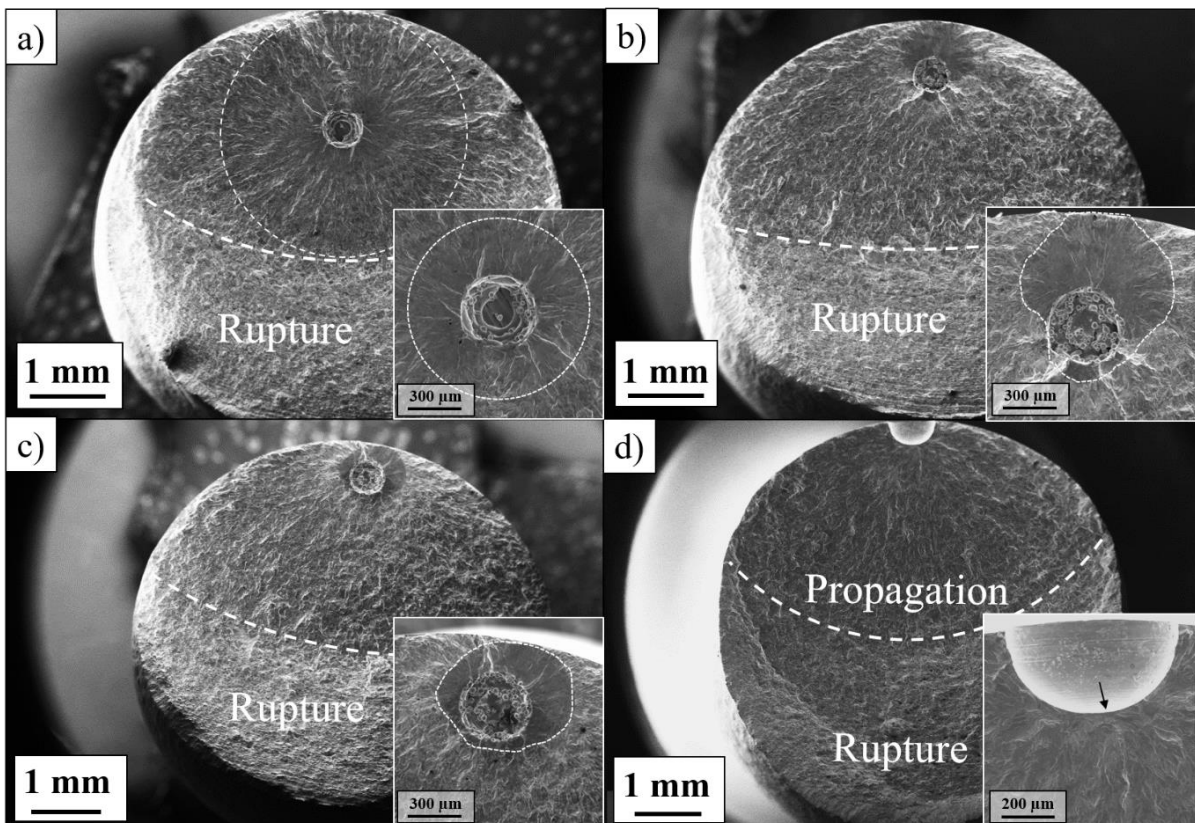


Figure IV-33: Faciès de rupture des éprouvettes a) M-MP-3, b) D-MP-3 c) R-MP-4 d) DU-2

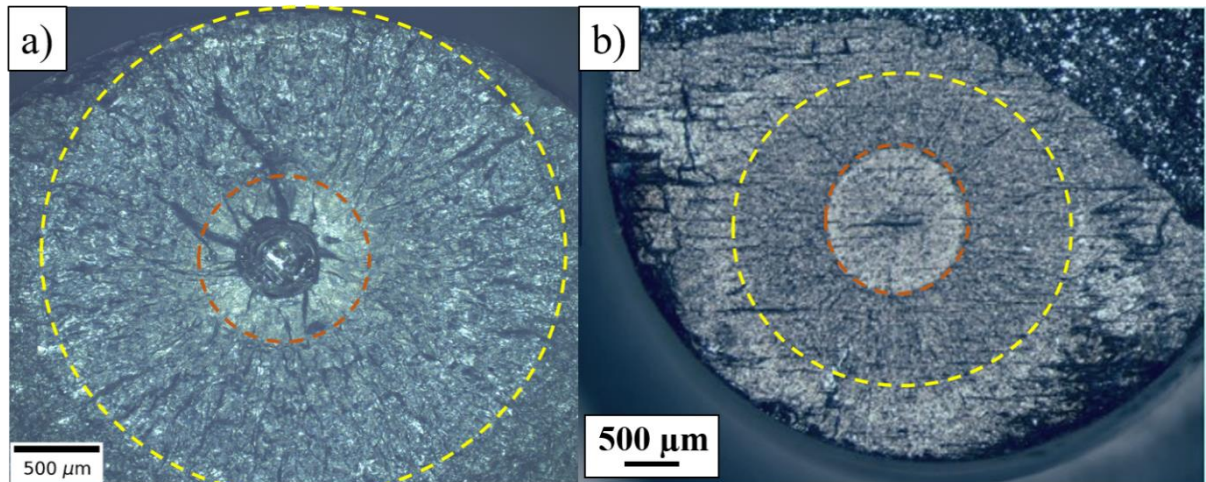


Figure IV-34: a) Faciès de rupture de l'éprouvette M-MP-3 b) Faciès obtenu après fatigue gigacyclique sur un acier C-Mn. Adapté de Huang [281]

Lorsque le défaut interne est proche du bord (distance de un diamètre et moins), la géométrie circulaire du *fisheye* (Figure IV-33 a)) tend à devenir moins symétrique (Figure IV-33 b) et c)), ce qui traduit un amorçage et un début de propagation ayant lieu préférentiellement sur le côté du défaut le plus proche du bord de l'éprouvette. Pour l'éprouvette DU2 (Figure IV-33 d)) contenant un défaut artificiel en surface, l'amorçage est localisé au fond du défaut usiné. Ces résultats peuvent être expliqués par l'analyse du champ de contraintes issu d'une simulation éléments finis en 2D. Le champ de contrainte en élasticité d'une plaque trouée dont le trou circulaire est placé à différentes distances du bord montre que la concentration de contraintes maximale K_t est plus élevée lorsque le défaut est proche du bord (Figure IV-35), du fait de la finesse du ligament qui le sépare de la surface.

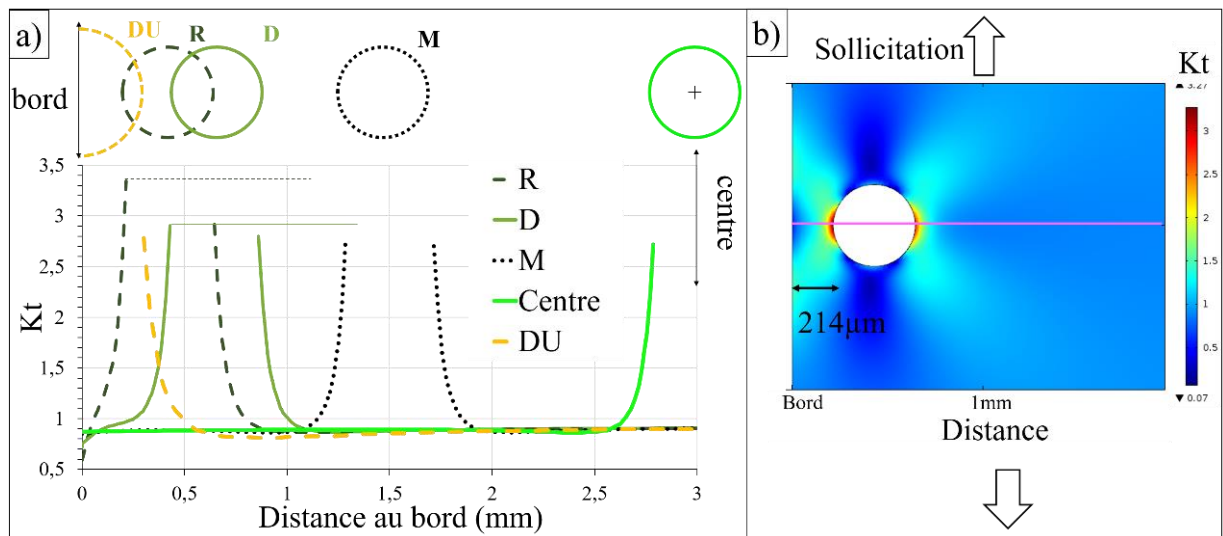


Figure IV-35: a) Évolution de la concentration de contraintes pour chaque type d'éprouvette. b) Visualisation du K_t dans le plan pour le modèle R-MP. Le K_t est estimé par le rapport de la contrainte de Von Mises locale par une contrainte de Von Mises nominale

La différence de niveau de concentration de contrainte entre les 2 côtés du défaut restant assez faible pour les distances au bord testées (de l'ordre de 10%), Murakami avait conclu avec la même approche qu'un *fisheye* devait rester presque systématiquement symétrique [173], ce qui n'est pas le cas ici. Malgré cette faible différence de concentrations de contraintes, l'amorçage et la propagation de fissure ont eu lieu majoritairement dans la zone la plus chargée mécaniquement. L'amorçage au fond du défaut usiné pour le lot DU correspond également à la zone de concentration de contraintes maximale.

IV.3.4.2. Tenue en fatigue des éprouvettes avec défaut décentré

Pour les défauts déterministes internes, la distance minimale entre le bord de chaque défaut et le bord de l'éprouvette a été mesurée post-mortem. La Figure IV-36 a) décrit l'évolution des propriétés en fatigue avec la distance du défaut au bord de la pièce.

La comparaison de la tenue des éprouvettes comprenant des défauts centrés (distance au bord : 2800 μm en prenant en compte le rayon) permet de mettre en évidence un **faible impact de la position du défaut interne sur la tenue en fatigue**. Pour les mêmes conditions d'essai, la tenue en fatigue moyenne à 10^6 cycles est à 450 MPa pour un défaut centré et chute à 425 MPa pour un défaut décentré. Les éprouvettes R-MP, D-MP et M-MP montrent des tenues en fatigue proches malgré la position différente du défaut artificiel par rapport au bord de l'éprouvette.

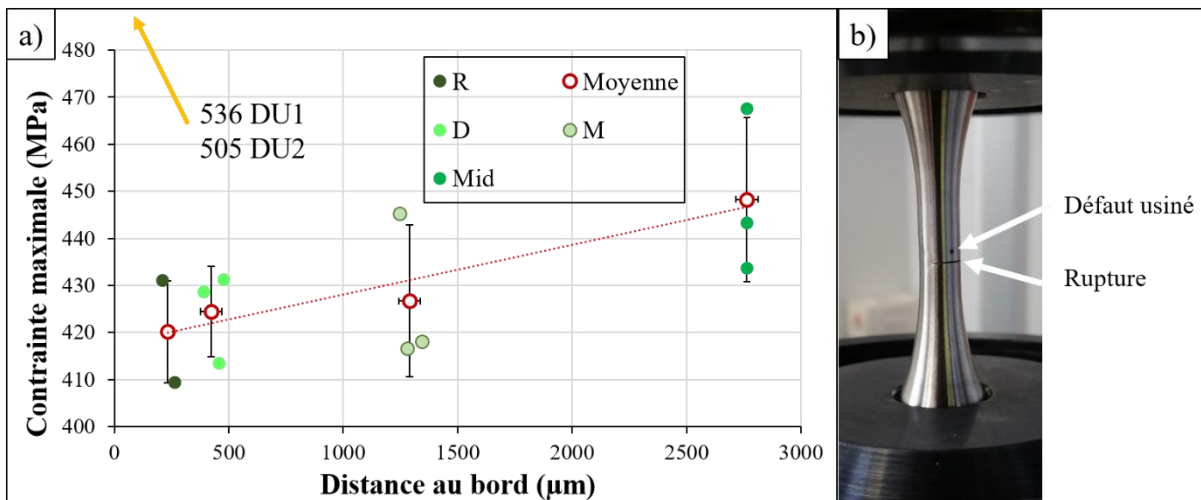


Figure IV-36: a) Évolution de l'endurance à 10^6 cycles en fonction de la distance au bord b) Observation de l'éprouvette DU1 Après rupture au palier à 540 MPa.

Les éprouvettes DU1 et DU2 ont rompu à une contrainte maximale de 536 et 505 MPa sur une inclusion affleurante et sur le défaut usiné, respectivement (voir Figure III-35). Ces valeurs sont largement supérieures à celles obtenues pour des défauts internes, et la tenue des 2 éprouvettes est semblable à celle des éprouvettes de référence (voir Figure IV-31), sans défaut usiné. Bien que le défaut usiné ait une surface totale très proche de celle du défaut interne, sa nocivité semble nettement inférieure. Un effet éventuel des contraintes résiduelles induites par l'usinage du trou dans DU1 ne suffirait sans doute pas à expliquer un amorçage en dehors du défaut. Compte tenu des niveaux de contrainte atteints (plus de 500 MPa en contrainte

nominale) et de la concentration de contrainte au fond du défaut usiné (environ 2), les contraintes résiduelles en fond de défaut ont certainement été relaxées par plasticité lors du chargement (limite d'élasticité autour de 500 MPa).

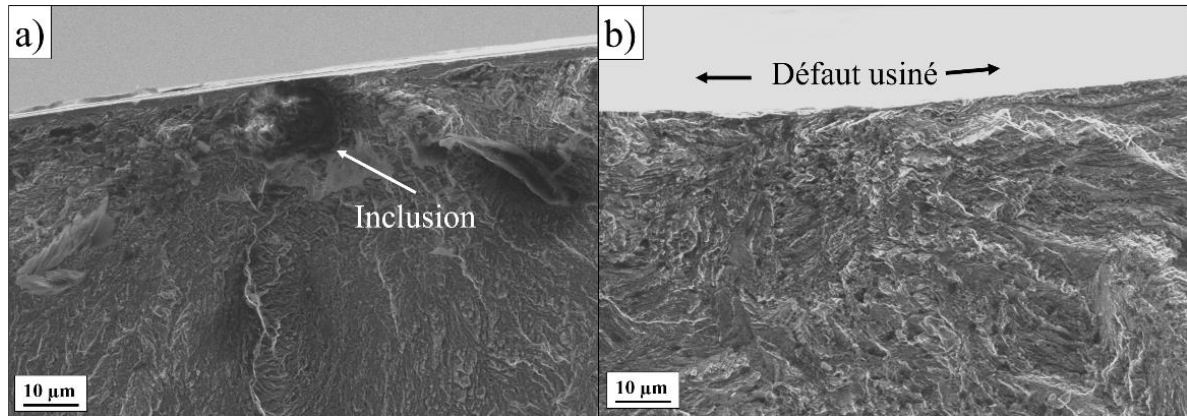


Figure IV-37: a) Inclusion à l'amorçage dans DU1 b) Zone d'amorçage dans DU2

Ce résultat reste donc troublant compte tenu de la différence de taille entre l'inclusion et le défaut usiné (facteur 35 en $\sqrt{\text{Aire}}$), le facteur d'intensité de contrainte ΔK aurait dû être largement plus important pour le défaut hémisphérique usiné. La différence d'acuité des défauts artificiels (très lisses) et naturels pourrait être à l'origine de cette différence.

IV.3.5. Amorçage à cœur ou en surface : mécanismes de propagation de la fissure

Les faciès de rupture des éprouvettes apparaissent fondamentalement différents selon la localisation de la zone d'amorçage. Les zones d'amorçage et de propagation de la fissure, pour un amorçage surfacique, apparaissent très vallonnées et cristallographiques (Figure IV-38 a)), tandis que le faciès obtenu pour un amorçage sur défaut interne est très lisse (Figure IV-38 b)). La différence de niveau de chargement ne permet pas d'expliquer cette différence de morphologie de faciès car les éprouvettes OP3 (sans défaut, amorçage en surface) et MP3 (avec défaut, amorçage interne) ont rompu à des niveaux de sollicitation identique. Cette observation suggère l'existence de mécanismes de propagation de fissure différents en fonction de la localisation de la zone d'amorçage (à cœur ou en surface).

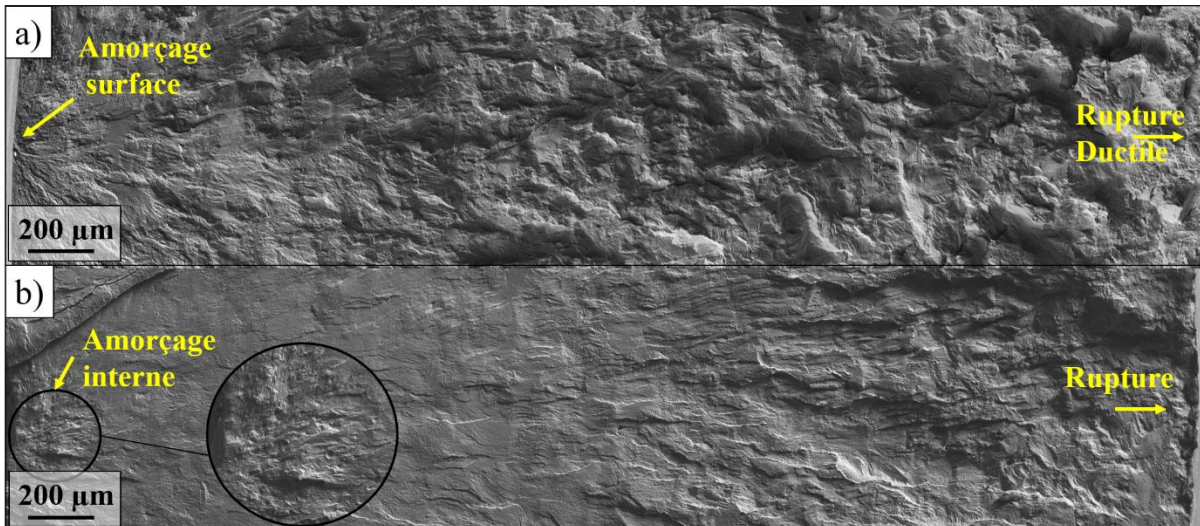


Figure IV-38: Comparaison du chemin de fissure pour un amorçage a) En surface (Éprouvette 0P1) b) Interne (GP2)

Les grains du contour couvrent approximativement 200 μm (voir Figure IV-22 et Figure IV-23 c)), ce qui pourrait correspondre à la zone de rugosité plus importante mise en évidence au début de la fissuration sur la Figure IV-38 b). En revanche, le reste des grains est homogène tout le long de la fissure et ne permettrait pas d'expliquer les différences entre les faciès obtenus sur les éprouvettes 0P et GP. La microstructure n'est donc pas responsable des différents aspects des zones de propagation.

La différence principale entre un amorçage en surface et interne est l'environnement gazeux local pendant la propagation de la fissure. En effet, l'intérieur d'un pore déterministe est censé être majoritairement rempli d'argon, qui est le gaz présent dans l'enceinte SLM. Ce gaz étant inerte, il n'a aucune influence sur la tenue en fatigue des pièces. Ceci est notamment mis en évidence par le chemin de propagation pour des défauts déterministes décentrés (Figure IV-39). Dans le cas d'une éprouvette M-MP (Figure IV-39 a)), 4 zones distinctes sont observables :

- 1 : Propagation interne lente et plane sous argon, suggérant un chemin de fissuration principalement intragranulaire, similaire à la *Smooth Area* décrite par Stanzl-Tschegg [286]
- 2 : Propagation plus rapide, toujours en milieu interne, avec une rugosité plus importante, traduisant un éventuel passage d'une fissure microstructurellement courte à une fissure longue [286] Le mécanisme s'apparente à une propagation intra/intergranulaire radiale autour du défaut. La connexion à l'air lorsque la fissure atteint le bord de la pièce induit un changement dans le mécanisme de propagation
- 3 : Propagation intergranulaire sous l'action de l'air. La fissure en milieu de pièce ne progresse pas, tandis qu'elle se propage préférentiellement dans les ligaments les plus fins entre la zone du *fish-eye* et le bord de pièce.
- 4 : Rupture ductile finale

Pour les éprouvettes de type D-MP et R-MP (Figure IV-39 b)), seul le premier mode du *fish-eye* est observé jusqu'à connexion de la fissure en bord de pièce. La fissuration devient alors intergranulaire.

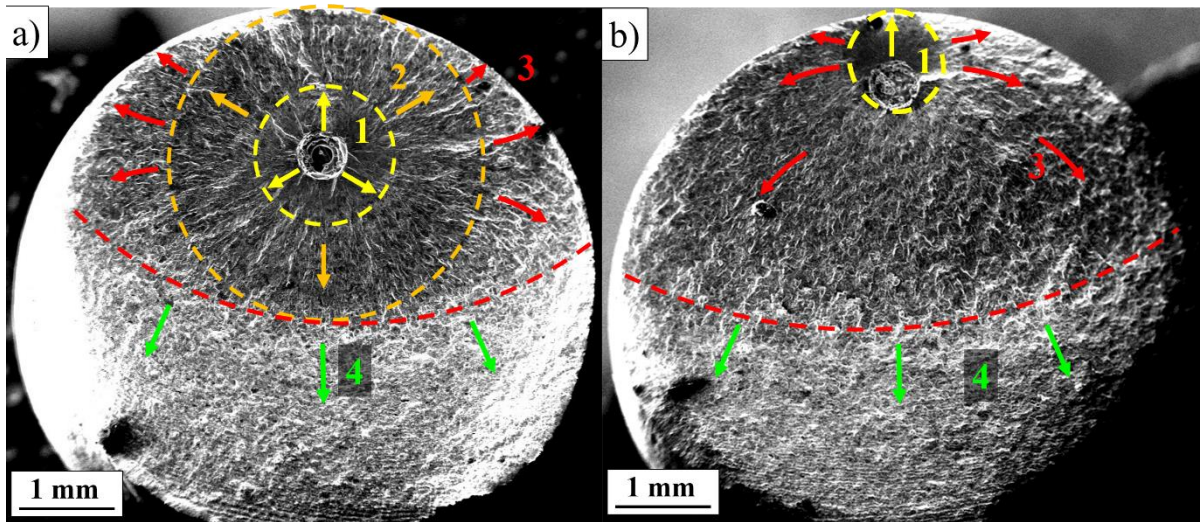


Figure IV-39: Chronologie de la fissuration dans une éprouvette de type a) M-MP b) D-MP

Ces observations sont en accord avec les résultats de la littérature sur la fissuration par fatigue de nombreux alliages en fonction de l'environnement [256,287–289]. Il est notamment mentionné que l'air fragilise les joints de grains en pointe de fissure, par l'action de l'oxygène [290] ou de l'hydrogène [291]. La propagation en est alors largement affectée, puisqu'un chemin de fissure (intergranulaire) passant par les joints de grains fragilisés devient alors énergétiquement plus favorable. Il est également possible que l'amorçage de fissure en stade I soit favorisé dans l'air. En effet, plusieurs observations [287,289] ont montré une localisation plus importante des bandes de glissement pour un amorçage dans un environnement non neutre comme l'air. Kanazaki [291] a notamment observé ce type de localisation plus importante en pointe de défaut pour des échantillons en acier 316L chargés en hydrogène.

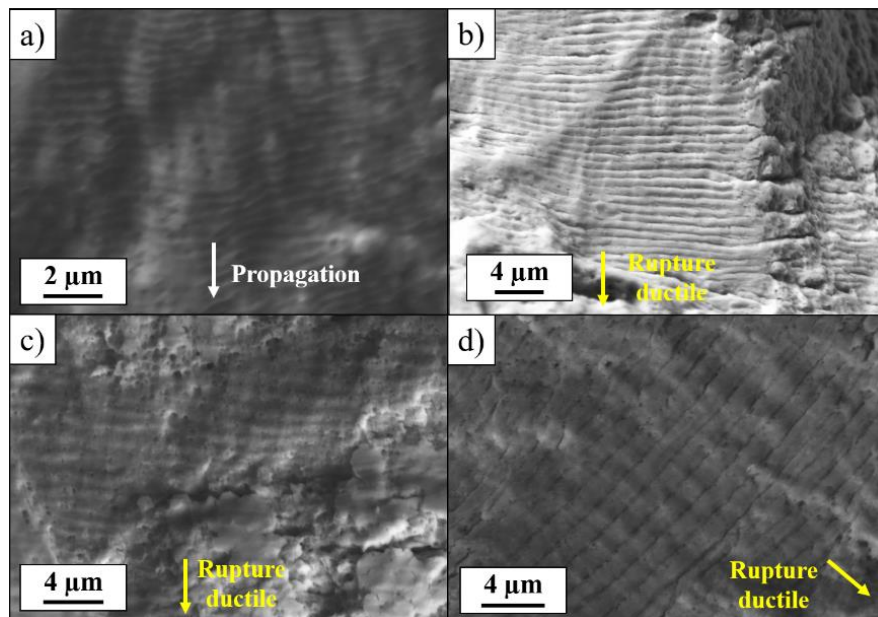


Figure IV-40: Striations de fatigue a) Proches de la zone d'amorçage dans 0P-1 b) En fin de propagation pour PP-3 c) En fin de propagation pour GP 2 d) En fin de la propagation dans GP 4

Dans le cas d'un amorçage interne sous argon, l'effet nul de l'environnement est également mis en évidence par l'absence de striations sur le chemin de propagation de la fissure. Ces striations sont observables à divers stades de propagation pour un amorçage en surface (Figure IV-40 a) et b)), et seulement à la limite de la zone de rupture finale pour un amorçage interne (Figure IV-40 c) et d)). L'absence de striations est un phénomène courant pour une sollicitation en fatigue sous atmosphère inerte [256], et a notamment été observée par McEvily pour un acier inoxydable 304 sollicité sous vide [289].

Les striations observées en fin de propagation pour un amorçage interne sont très superficielles et pourraient être apparues suites à la connexion d'une partie de la fissure à la surface de l'échantillon, avant la rupture finale. L'évolution de la taille des striations en fonction de la longueur totale de fissure a été mesurée sur différentes éprouvettes et est reportée Figure IV-41. On constate une croissance de la taille des striations au fur et à mesure que la fissure se propage, conformément aux données de la littérature [292]. Bien que la relation $l_{striation} = l_{cycle}$ soit discutable, elle a été vérifiée lorsque la taille de striation est de l'ordre de 10^{-7} - 10^{-6} m pour des aciers [293]. En prenant des striations de largeur égale à la moyenne des mesures effectuées sur des éprouvettes ayant amorcé à l'air ($0.6 \mu\text{m}\cdot\text{cycle}^{-1}$ en moyenne Figure IV-41), il est possible d'estimer le nombre de cycles de la phase de propagation à 5000 cycles (pour atteindre la longueur critique de 3 mm à laquelle la rupture finale se produit).

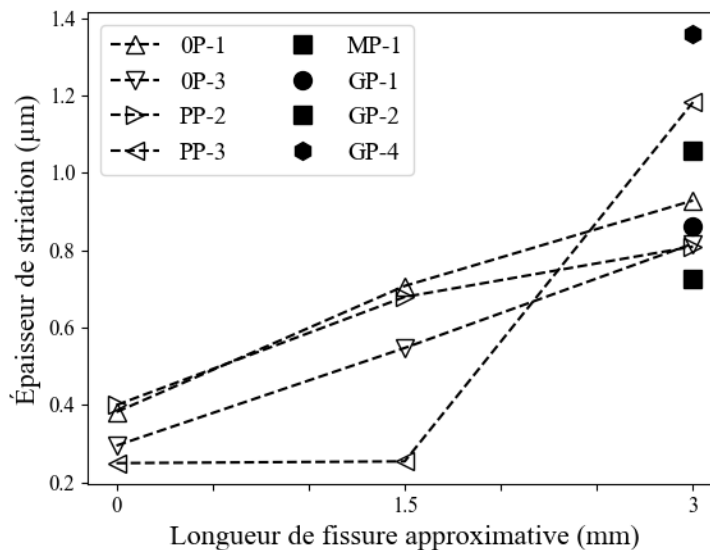


Figure IV-41: Épaisseur des striations en fonction de la distance à la zone d'amorçage pour les 2 types d'amorçage

Ellyin [294] a observé une période d'armorage de fissure dix fois plus longue dans le vide que dans l'air pour un acier. L'effet « retardant » du vide ou de l'argon sur l'amorçage et la propagation de fissure, avec un impact direct sur la tenue et la durée de vie de la pièce n'est cependant pas directement observé ici. Une telle observation nécessiterait de comparer la durée de vie de deux éprouvettes, la première comprenant un unique défaut en surface, et la seconde le même défaut interne. La nocivité inférieure des défauts déterministes sous argon sur l'amorçage et la propagation est ici compensée par leur dimension, largement supérieure à celles des défauts de surface. De plus, l'absence de différence majeure sur la durée de vie respective des éprouvettes R-MP, D-MP, et M-MP, avec des distances de propagation sous argon croissantes, traduit également une durée négligeable de la propagation sous « vide » face

à la durée d'amorçage. La tenue des éprouvettes avec un pore de rayon 424 μm décentré se distingue en effet peu de celle des éprouvettes avec défaut centré.

IV.4. Bilan de tous les essais en fatigue à grand nombre de cycles

L'ensemble des résultats de fatigue décrits dans le chapitre III et IV a été réuni sur un diagramme de Kitagawa Figure IV-42. Deux courbes de El-Haddad (voir Eq. III-15) ont été tracées pour une taille de défaut seuil de 20 et 250 μm . Les droites correspondent à une pente de $-1/2$ en échelle log-log correspondant à une fissure longue (LEFM), placée pour suivre les essais des éprouvettes cylindriques de grande dimension. Cette droite correspond à la pente de El-Haddad lorsque $\sqrt{Aire} \gg \sqrt{Aire_0}$. Une estimation du défaut seuil correspond alors à l'intersection avec la droite horizontale passant par la tenue moyenne des éprouvettes ayant amorcé dans la microstructure.

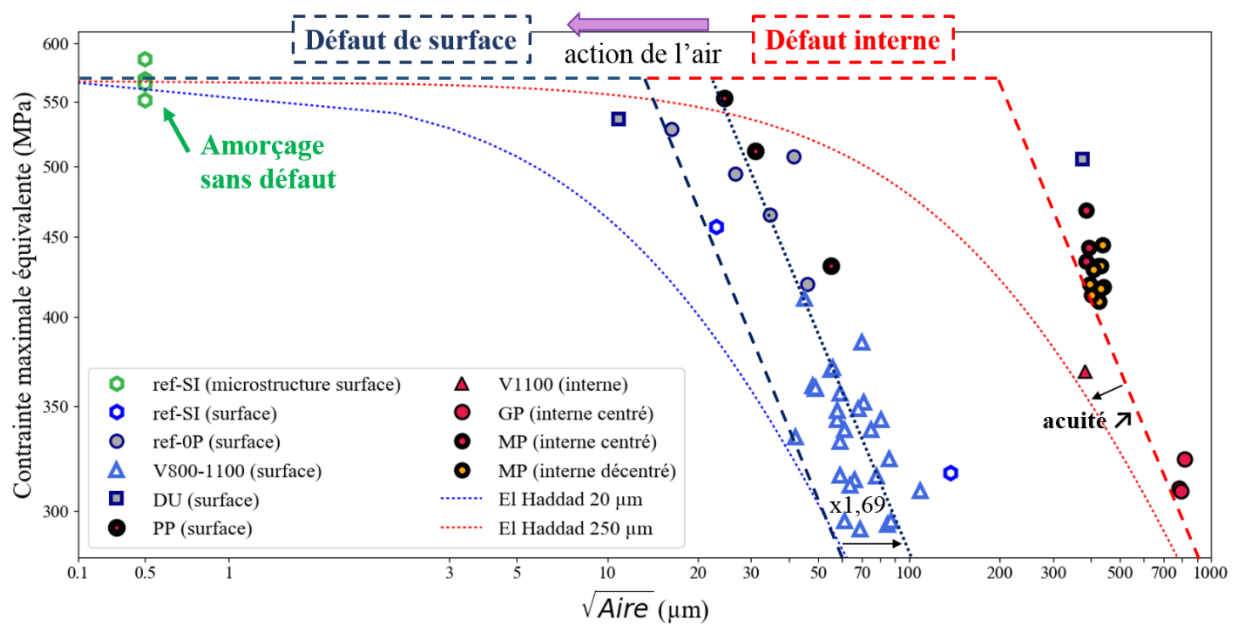


Figure IV-42: Diagramme de Kitagawa résumant les essais de fatigue du chapitre III et IV.

Les tendances observées pour des défauts stochastiques et déterministes sont complémentaires. L'endurance maximale a été constatée pour un amorçage se faisant dans la microstructure. Bien que la détermination d'une taille équivalente de défaut à 0.5 μm ne soit *a priori* pas compatible avec un tel type d'amorçage, cette dimension a été choisie car représentative des dimensions de la sous-microstructure du matériau, et plus particulièrement des cellules dans les conditions de fabrication choisies [295].

Malgré l'optimisation paramétrique, des pores principalement sphériques subsistent dans les pièces finies, ainsi que des inclusions. Une analyse métallographique montre que 97% des pores observés ont des dimensions inférieures ou égales à 10 μm (voir Figure IV-21 a)). Aucun pore critique de moins de 10 μm n'a cependant été observé à l'origine de la rupture en

fatigue. Les 3% restants analysés ont des tailles allant jusqu'à une quarantaine de microns. Au niveau de la microstructure, seuls 10% des grains ont des dimensions inférieures à 10 μm . Cela tend à confirmer que **les défauts présents en surface des pièces doivent être suffisamment grands pour dépasser la taille d'une certaine proportion des grains environnants, donc être de taille supérieure à 10 μm** . Les inclusions ou éjectas font partie des défauts pouvant être critiques, celles-ci peuvent atteindre plusieurs dizaines de micromètres. D'éventuels manques de fusion ou pores non sphériques (40 μm et plus) peuvent être ponctuellement présents dans les pièces et affecter la tenue en fatigue. La limite de fatigue de 565 MPa mesurée en l'absence de défaut est alors presque divisée par deux. Ces pores de manque de fusion sont rares, et n'ont pas été observés dans les analyses métallographiques.

Les niveaux atteints et les défauts à l'amorçage des éprouvettes DU1 et DU2 avec défaut artificiel usiné restent difficilement explicables. Bien que la concentration de contraintes à l'extrémité interne d'une sphère affleurante (inclusion) soit supérieure à celle au fond du défaut hémisphérique, le facteur d'intensité de contraintes du défaut hémisphérique reste largement supérieur du fait de ses dimensions. Vu le niveau de contraintes, la présence ou l'absence de contraintes résiduelles en pointe de défaut usiné ne suffirait pas à induire de telles différences.

Les résultats de fatigue obtenus pour les défauts déterministes confirment les tendances du chapitre III. Une continuité peut être observée entre les résultats du chapitre III et IV lorsque l'amorçage est localisé à partir de défauts surfaciques naturels (Figure IV-42). Les défauts déterministes des éprouvettes PP, de $\sqrt{\text{Aire}}$ 187 μm , n'ont pas été à l'origine de l'amorçage, qui s'est fait sur des inclusions ou pores débouchants à la surface, pourtant moins nocifs au sens de Murakami (voir Figure IV-32). Les défauts de rayon 214 μm ($\sqrt{\text{Aire}}$ 379 μm) des éprouvettes MP ont systématiquement été à l'origine de l'amorçage. **La combinaison de tous les résultats permet de montrer que la taille de défaut critique dans le diagramme de Kitagawa dépend fortement de la position du défaut. La taille de défaut critique peut être estimée autour de 25 μm pour un défaut débouchant contre 200 μm pour un défaut à cœur.** Le critère de Murakami prévoit un facteur 0.65 ou 0.5 en fonction de la position (surface ou interne) du défaut, ce qui équivaut à évaluer la nocivité d'un défaut surfacique avec un défaut interne environ 1.7 fois plus large. Le critère de Murakami, seulement basé sur la concentration de contraintes locales, n'est donc pas suffisant pour estimer la faible nocivité des défauts internes.

Compte tenu de la dimension des défauts déterministes internes, il est possible que la phase d'amorçage de fissure survienne rapidement dans la vie de la pièce, et ce en plusieurs endroits [296]. En revanche, seule la fissure la plus favorablement orientée et rencontrant le moins d'obstacles (joints de grains, sous-joints de grains) va propager [297,298]. En effet, l'absence d'air fragilisant les joints de grain semble favoriser une propagation de fissure intragranulaire et non intergranulaire. Une propagation intragranulaire implique de franchir la barrière érigée par le joint de grain. Il est généralement admis que la fissure peut franchir le joint de grain seulement si la plasticité a été activée dans le grain suivant. Le défaut et la microfissure doivent donc avoir une dimension suffisante, et/ou le niveau de sollicitation doit être suffisamment élevé.¹ La propagation de la fissure est alors largement favorisée lorsque le pore sur lequel la fissure s'est amorcée a une dimension largement supérieure à celle du grain. La dimension de défaut nécessaire pour faire propager une fissure interne intragranulaire sous argon est donc plus élevée que celle permettant de faire propager une fissure intergranulaire à l'air.

¹ Des travaux par d'autres auteurs [299] présentent cependant des critères comprenant des périodes d'incubation, pendant lesquels la fissure s'arrête pendant un grand nombre de cycles puis reprend sa propagation, pour un même niveau de sollicitation et sans modification des conditions extérieures.

Une légère diminution de la limite d'endurance a pu être observée entre le lot comprenant des défauts centrés (MP) et les lots comprenant des défauts décentrés (R, D et M-MP). En revanche, aucune différence entre les 3 distances à la surface pour des défauts décentrés n'a été remarquée. Les ratios rayon/distance au bord¹ n'ont donc pas eu d'influence sur la nocivité des défauts.

L'acuité des défauts eux-mêmes semble également jouer un rôle sur la limite d'endurance des pièces. En effet, les défauts critiques de 10 à 55 μm observés dans les éprouvettes 0P, PP, et dans l'éprouvette DU2 sont relativement circulaires et dénués d'angles vifs. Seules les éprouvettes 0P3 et PP1 n'ont pas rompu sur une inclusion mais sur un défaut ovoïde (voir Figure IV-27 d) et Annexe V.8.3). Le prolongement des tendances décrites par les éprouvettes 0P et PP, comparé à celui des éprouvettes V800-1100 Figure IV-42 semble en effet correspondre à une taille de défaut seuil légèrement supérieure. La même tendance est observée pour les défauts internes déterministes, avec un léger décalage observé pour l'éprouvette contenant un défaut interne « naturel ».

IV.5. Conclusion

Après optimisation, le procédé SLM a permis de générer des éprouvettes en 316L contenant des défauts déterministes submillimétriques internes sphériques, pour caractériser leur influence sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles. Ces défauts diffèrent des défauts stochastiques « accidentels », sont insérés volontairement dans les volumes numériques 3D des pièces, puis reproduits au mieux par la machine SLM. Une recherche paramétrique SLM a permis d'optimiser la reproduction de ces défauts, avec une taille, une forme et une position contrôlées dans une matrice dense.

Cette étude a montré l'influence de plusieurs paramètres clés pour la génération de défauts déterministes, tels que la densité volumique d'énergie de chaque groupe de lasage et le mode de balayage laser utilisé. L'un des enjeux majeurs de l'optimisation paramétrique a été de réduire l'effondrement dans la partie supérieure des défauts en utilisant des paramètres de remplissage *downskin* peu énergétiques mais peu densifiants. Il a ainsi été possible d'obtenir des défauts déterministes submillimétriques, de dimensions comprises entre 150 et 1000 μm .

L'observation tomographique des défauts « 3D » à symétrie de révolution a révélé la présence de pores satellites dans la partie latérale et inférieure des défauts déterministes. Ces pores de 20 à 100 μm sont attribués à des instabilités du régime de lasage de type *keyhole* pendant la réalisation du contour circulaire des défauts, constitué des vecteurs rectilignes de petites dimensions. Le mode *skywriting* a permis de réduire de 2/3 le volume total des pores satellites, et ces derniers n'ont pas été critiques à l'amorçage.

Des éprouvettes de fatigue cylindriques ont été testées en fatigue à $R=0.1$ avec la méthode Locati. Ces éprouvettes ont été fabriquées verticalement avec les paramètres optimisés, en insérant ou non un défaut interne centré submillimétrique. Trois tailles de défaut ont été étudiées : 200, 450 et 900 μm de diamètre environ. Le défaut de 450 μm a également été décentré à trois distances pour quantifier l'influence de la distance au bord. **Aucune différence majeure sur la limite d'endurance n'a été observée entre des éprouvettes comprenant le même défaut interne centré ou décentré dans la plage de distance caractérisée.** Les essais de fatigue ont révélé une différence dans le mécanisme de propagation selon la zone

¹ Voir Eq. III-5 et Eq. III-6

d'amorçage : air (surface) ou argon (interne). Pour un amorçage en surface, la fissure se propage de manière intergranulaire (Figure IV-43 a)). Ces résultats sont en accord avec les observations de Riemer [181] pour le même matériau, où une microstructure allongée, orientée perpendiculairement au sens de sollicitation offrait une résistance moindre à la propagation de fissure, qu'une microstructure allongée perpendiculairement au sens de sollicitation. Pour un amorçage interne, l'absence d'action de l'environnement (l'argon de la chambre de travail) en pointe de fissure offre donc, en l'absence de fragilisation des joints de grains, une résistance supérieure, qui induit une propagation principalement intragranulaire (Figure IV-43 b)). Ce mode de propagation nécessite cependant une énergie plus importante pour franchir la barrière constituée par les joints de grain. Ce raisonnement sur les conditions de propagation peut être extrapolé à la phase d'amorçage. Si l'on considère la fin de l'amorçage et le début de la propagation comme le franchissement de la première barrière microstructurale, l'environnement inerte, par le type de mécanisme qu'il génère, aura un impact très positif sur la tenue de cette première interface. **Ainsi, une taille de défaut seuil d'environ 10 μm a été identifiée pour la nocivité d'un défaut surfacique (à l'air), qui augmente jusqu'à environ 300-400 μm pour un défaut interne (dans un environnement inerte).**

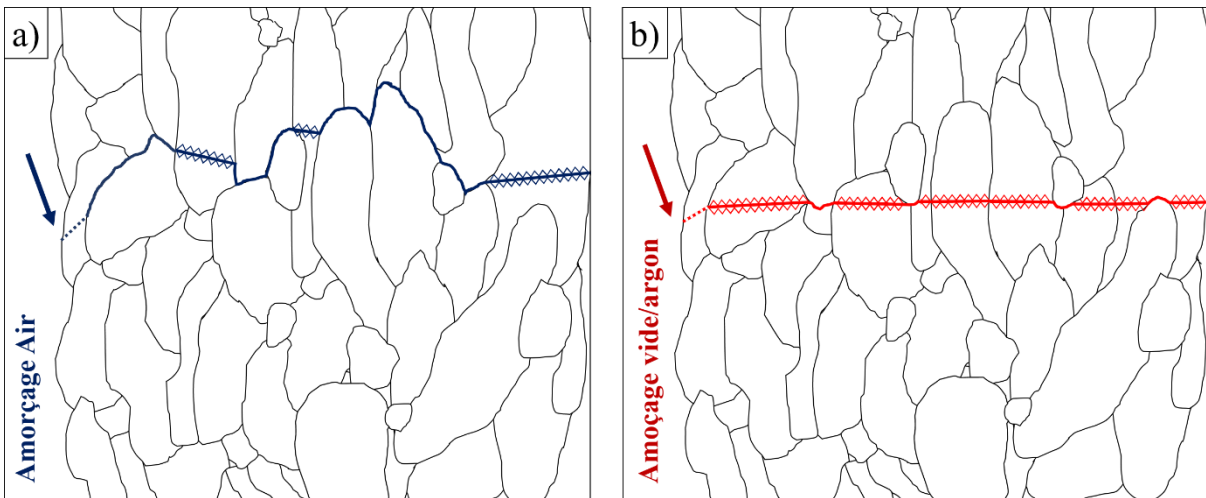


Figure IV-43: Schéma de la propagation de fissure pour un amorçage a) À l'air b) Sous vide (ou argon). Le défaut induisant l'amorçage en stade I dans le premier grain (pointillés) n'est pas représenté. Le même type de propagation à l'air a été observé par Riemer pour du 316L SLM [181] et sous vide par Stanzl-Tschegg pour un acier faiblement allié [286].

L'observation des faciès de rupture est en accord avec les performances en fatigue. L'amorçage a lieu en surface sur des défauts de 10 à 60 μm , malgré la présence de défauts déterministes internes de 200 μm . La majorité de ces amorçages en surface ont lieu sur des inclusions sphériques. Ces résultats ne sont pas en accord avec les prédictions du critère de Murakami [173], qui prévoit une compétition entre les défauts surfaciques et internes si ces derniers atteignent une $\sqrt{\text{Aire}}$ seulement 70% plus grande que les défauts de surface [236]. La nocivité en fatigue à grand nombre de cycles des défauts internes dans le 316L, liée à la méthode de fabrication SLM, est donc relativement faible. Plus généralement, **en l'absence d'air aux alentours d'un défaut interne, l'endurance en fatigue à grand nombre de cycles, dépendante de l'environnement local, est fortement améliorée.**

CONCLUSION GENERALE

Le procédé SLM est une méthode de fabrication additive novatrice, à la fois versatile et complexe. Des géométries nouvelles peuvent être obtenues, jusqu'alors irréalisables en utilisant les procédés conventionnels. Cette grande liberté de design permet à l'utilisateur de fabriquer des pièces pouvant bénéficier à de nombreux domaines industriels. Le prix de cette versatilité est le nombre important de phénomènes physiques à contrôler, dont une partie est héritée du soudage laser. Le contrôle des paramètres de fabrication est dans ce cadre un enjeu majeur, puisqu'il dicte au premier ordre la santé matière des pièces créées, et donc leurs performances mécaniques.

Les paramètres de puissance laser, vitesse de balayage, et diamètre de faisceau vont piloter directement les dimensions du cordon créé. Des densités d'énergies importantes peuvent induire, par exemple, un régime de *keyhole*, avec une vaporisation partielle du cordon fondu. La détente du gaz créé agit alors comme un piston et creuse le fond du cordon, augmentant sa profondeur et pouvant induire des pores par piégeage de gaz pendant la solidification. Ce phénomène, connu depuis plusieurs dizaines d'années pour le soudage laser « 1D », se complexifie grandement de par l'aspect multi-cordons latéral, et la superposition de couches verticales du procédé SLM 3D. La détente de la vapeur du régime de *keyhole* induit en effet une dépression à la surface du cordon, générant un flux de gaz transversal pouvant entraîner les grains de poudre environnants. Cet effet a notamment un impact sur la quantité de poudre disponible pour la réalisation de chaque cordon, et sur la pollution par des éjectas des zones déjà fondues. L'écart-vecteur entre les cordons, et l'épaisseur de couche, permettent de contrôler le recouvrement des cordons et d'éviter l'apparition de manques de fusion, tout en contrôlant la productivité du procédé. Les trajectoires du laser à chaque couche, et l'adaptation des paramètres énergétiques en fonction de la position de la zone lasée dans la pièce finale, vont également contrôler la santé matière.

L'une des préoccupations industrielles actuelles majeures sur les pièces de fabrication additive est leur tenue mécanique. Dans le cas de l'acier 316L fabriqué en SLM, sa sous-microstructure fine inhérente au procédé semble être à l'origine de ses hautes performances en traction monotone. En revanche, on constate en fatigue à grand nombre de cycles une grande disparité dans les performances des pièces créées, qui restent légèrement en deçà des performances du matériau conventionnel, principalement du fait de la santé matière non optimale. L'influence des porosités semble donc dicter au premier ordre leur tenue en fatigue.

La première partie de ces travaux de thèse a consisté à identifier les principaux paramètres de fabrication contrôlant la santé matière. Ainsi, une porosité minimale de l'ordre de 0.01% a pu être obtenue dans les pièces créées. Cette porosité ne contient pas de pore de *keyhole*, un taux minimal de manque de fusion, et est principalement constituée de micro porosités sphériques de dimensions 10 à 30 μm . La recherche paramétrique a également montré qu'il est possible de contrôler la microstructure et la texture des pièces, notamment en agissant sur le recouvrement latéral et vertical des cordons. Une microstructure présentant une taille de grain moyenne fixe a pu être générée, tout en faisant varier la santé matière et en générant des populations de défauts différentes.

Grâce à la recherche paramétrique, des pièces contenant diverses populations de défauts stochastiques ont été créées puis sollicitées en fatigue uniaxiale à $R=0.1$. En l'absence de

pore, un amorçage en surface dans la matrice est observé, et s'accompagne d'une très haute limite d'endurance à 10^6 cycles, supérieure à la limite élastique du matériau brut de SLM, elle-même déjà plus élevée que la limite élastique du 316L conventionnel. La caractérisation d'échantillons avec une santé matière interne dégradée, fabriqués pour un balayage laser effectué à des vitesses jusqu'à 12% plus rapides, a montré un faible impact de la porosité interne face à un amorçage principalement dicté sur des défauts en surface. L'absence de défauts de surface, pour les mêmes populations de défauts internes, a conduit à une tenue en fatigue largement supérieure. Une analyse mécanique basée simplement sur le taux de porosité apparaît donc insuffisante, et justifie l'utilisation de méthodes d'observations quantitatives et complètes telles que la tomographie X. La prépondérance de l'amorçage en surface sur des défauts de 40-100 μm , malgré la présence de pores internes 4 à 10 fois plus larges met à défaut des critères tel que celui de Murakami [173], qui tendent à surestimer la nocivité des défauts à cœur.

La différence importante constatée pour des défauts surfaciques et internes a conduit à l'élaboration et la caractérisation d'éprouvettes modèles avec une porosité minimisée dans la matrice, mais des défauts déterministes à cœur. Ces défauts, sphériques, submillimétriques, positionnés de manière contrôlée, ont pu être reproduits dans les pièces grâce à une optimisation du paramétrage de contour et de remplissage, notamment en minimisant la densité d'énergie volumique délivrée par le laser dans les zones fondues surplombant de la poudre non fondue. Les résultats des essais de fatigue ont montré l'existence d'une taille de défaut déterministe seuil, à partir de laquelle l'amorçage passe de la surface (défaut stochastique de 10-60 μm) au cœur de la pièce (défaut déterministe de 400 μm et plus), et concordent avec l'étude réalisée sur les défauts stochastiques. Peu de différences ont pu être observées en modifiant la distance à la surface du défaut déterministe. Cette observation suggère que la position des défauts (interne ou surfacique) ait un impact bien plus important sur la tenue en fatigue que la distance à la surface d'un défaut interne. L'analyse des faciès a révélé un mécanisme de propagation de fissure différent selon la position de l'amorçage de la fissure (interne ou externe). L'environnement gazeux inerte des défauts internes semble donc jouer un rôle prépondérant dans la tenue en fatigue des pièces, que ce soit sur la phase d'amorçage que sur la phase de propagation. L'absence d'air dans les défauts internes, remplacé par de l'argon de la chambre de fabrication SLM, limiterait fortement leur nocivité. Ainsi, la forte tolérance du 316L SLM aux défauts internes pourrait permettre, dans certaines conditions, d'accroître la productivité du procédé sans impacter ses propriétés mécaniques.

PERSPECTIVES

L'approche réalisée dans ces travaux a consisté à comparer la nocivité de défauts internes à des défauts de surface. Bien que la nocivité de défauts de même type (manques de fusion) ait été comparée en position interne et surfacique au chapitre III pour des échantillons polis à cœur et d'autres polis en surface, la similarité parfaite des défauts à l'amorçage n'est pas garantie, du fait de leur caractère stochastique. Afin de confirmer que l'environnement est bien à l'origine des différences observées entre les lots possédant un amorçage à cœur et en surface il pourrait être intéressant de générer des défauts déterministes reliés à l'air. Ces défauts pourraient être reliés à l'air après usinage, ou en les connectant à la surface de l'éprouvette grâce à un canal vertical.

Dans ces travaux, les échantillons testés présentaient tous des grains de taille identique, avec la même texture morphologique et cristallographique. L'impact de la microstructure sur la tenue en fatigue a donc peu été abordé. La limite élastique supérieure mesurée en traction pour des éprouvettes fabriquées horizontalement (Figure III-13), liée à l'orientation des grains et sous-grains dans la matrice semblerait indiquer une meilleure endurance des pièces sollicitées perpendiculairement au sens de fabrication. Les travaux de Zhang [36] montrent en effet une courbe de Wöhler légèrement plus haute pour des éprouvettes fabriquées horizontalement. Ces essais ont cependant été effectués après HIP, induisant une recristallisation majeure de la microstructure et minimisant les effets d'anisotropie. La caractérisation d'éprouvettes polies fabriquées verticalement et horizontalement, avec un paramétrage identique optimisé (taux de porosité minimum) pourrait alors montrer une éventuelle anisotropie de la tenue en fatigue.

Le procédé SLM n'offre pas seulement une liberté de design de pièce géométrique, mais aussi microstructural. En modifiant les paramètres de fabrication SLM, il est en effet possible de contrôler la texture des pièces fabriquées. Ainsi, l'endurance de pièces fortement texturées pourrait être comparée à celles d'éprouvettes au comportement isotrope. Il est également possible de ne texturer que certaines parties des pièces en ajustant localement les paramètres de fabrication. La microstructure d'une pièce mécanique pourrait ainsi être adaptée localement pour répondre à différents types de sollicitation.

Certaines considérations physiques liées à l'interaction laser-zone fondue-poudre-flux de gaz ont été évoquées, comme des phénomènes d'absorption-diffusion par la vapeur métallique. Ces derniers mériteraient d'être quantifiés afin de mieux maîtriser le bilan énergétique du procédé.

Pour finir, les origines des hautes propriétés mécaniques du 316L SLM brut de fabrication restent encore mystérieuses. L'origine exacte du taux de dislocations important et de leur localisation en « maille » entre les cellules, leur contribution à la haute limite d'élasticité, et les différents mécanismes de déformation plastique du matériau, sont des problématiques nouvelles. La compréhension de ces phénomènes physiques pourrait permettre un contrôle précis des caractéristiques des pièces fabriquées, et la production de matériaux de nouvelle génération.

RÉFÉRENCES

- [1] T. Wohlers, Wohlers Report 2018. 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry, 2018. doi:ISBN 978-0-9913332-2-6.
- [2] G.J. Peacock, Method of making composition horseshoes, 746143, 1903. <https://patents.google.com/patent/US746143A/en>.
- [3] H. Kodama, Automatic method for fabricating a three-dimensional plastic model with photo-hardening polymer, *Rev. Sci. Instrum.* 52 (1981) 1770–1773. doi:10.1063/1.1136492.
- [4] J.-C. André, A. Le Mehauté, O. De Witte, Dispositif pour réaliser un modèle de pièce industrielle, 2567668, 1984.
- [5] C.W. Hull, Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography, 4575330, 1984. doi:US005485919A.
- [6] EOS, EOS History, (n.d.). https://www.eos.info/about_eos/history (accessed April 20, 2019).
- [7] Optomec, Optomec overview, (n.d.). <https://www.optomec.com/optomec-overview/> (accessed April 20, 2019).
- [8] Arcam, Arcam history, (n.d.). <http://www.arcam.com/company/about-arcam/history/> (accessed April 20, 2019).
- [9] I/ A. 52900- 15, Standard Terminology for Additive Manufacturing – General Principles – Terminology, (2015). doi:10.1520/ISOASTM52900-15.
- [10] M. Suard, P. Lhuissier, R. Dendievel, J.-J. Blandin, F. Vignat, F. Villeneuve, Towards stiffness prediction of cellular structures made by electron beam melting (EBM), *Powder Metall.* 57 (2014) 190–195. doi:10.1179/1743290114y.0000000093.
- [11] F. Chalon, R. Leroy, A. Morandau, S. Milton, A. Duchosal, Thermal study during milling of Ti6Al4V produced by Electron Beam Melting (EBM) process, *J. Manuf. Process.* 38 (2019) 256–265. doi:10.1016/j.jmapro.2018.12.027.
- [12] O.O. Salman, C. Gammer, A.K. Chaubey, S. Eckert, J.Scudino, Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 748 (2019) 205–212. doi:10.1016/j.msea.2019.01.110.
- [13] Irepa Laser, Rechargement Laser, (n.d.). <https://www.irepa-laser.com/applications/fabrication-additive/rechargement> (accessed April 20, 2019).
- [14] T. Gualtieri, A. Bandyopadhyay, Additive manufacturing of compositionally gradient metal-ceramic structures: Stainless steel to vanadium carbide, *Mater. Des.* 139 (2018) 419–428. doi:10.1016/j.matdes.2017.11.007.
- [15] K. Singh, G. Singh, H. Singh, Review on friction stir welding of magnesium alloys, *J. Magnes. Alloy.* 6 (2018) 399–416. doi:10.1016/j.jma.2018.06.001.
- [16] A. Bournias-Varotsis, R.J. Friel, R.A. Harris, D.S. Engstrøm, Ultrasonic Additive Manufacturing as a form-then-bond process for embedding electronic circuitry into a metal matrix, *J. Manuf. Process.* 32 (2018) 664–675. doi:10.1016/j.jmapro.2018.03.027.
- [17] SLM Solutions, Catalogue machines SLM, (n.d.). <https://www.slm-solutions.com/fr/produits/machines/slmr-machines/> (accessed April 20, 2019).
- [18] Arcam, Arcam A2X Specification sheet, (n.d.). <http://www.arcam.com/wp-content/uploads/arcam-a2x.pdf> (accessed April 20, 2019).

- [19] I. Taberero, A. Paskual, P. Álvarez, A. Suárez, Study on Arc Welding Processes for High Deposition Rate Additive Manufacturing, *Procedia CIRP*. 68 (2018) 358–362. doi:10.1016/j.procir.2017.12.095.
- [20] V. Gunenthiram, Compréhension de la formation de porosités en fabrication additive (LBM). Analyse expérimentale de l'interaction laser - lit de poudre - bain liquide., École Nationale Supérieure des Arts et Métiers, 2018. <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-02025457>.
- [21] M. Yan, P. Yu, An Overview of Densification, Microstructure and Mechanical Property of Additively Manufactured Ti-6Al-4V — Comparison among Selective Laser Melting, Electron Beam Melting, Laser Metal Deposition and Selective Laser Sintering, and with Conventional Powder, in: A. Lakshmanan (Ed.), *Sinter. Tech. Mater.*, 2015. doi:10.5772/32009.
- [22] X. Ding, Y. Koizumi, D. Wei, A. Chiba, Effect of process parameters on melt pool geometry and microstructure development for electron beam melting of IN718: a systematic single bead analysis study, *Addit. Manuf.* 26 (2018) 215–226. doi:10.1016/j.addma.2018.12.018.
- [23] M. Gharbi, Etats de surface de pièces métalliques obtenues en Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL) : compréhension physique et voies d'amélioration, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2013.
- [24] I. Koutiri, E. Pessard, P. Peyre, O. Amlou, T. De Terris, Influence of SLM process parameters on the surface finish, porosity rate and fatigue behavior of as-built Inconel 625 parts, *J. Mater. Process. Technol.* 255 (2018) 536–546. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.12.043.
- [25] C. Elangeswaran, A. Cutolo, G.K. Muralidharan, F. Berto, B. Van Hooreweder, C. Formanoir, K. Vanmeensel, Effect of post-treatments on the fatigue behaviour of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion, *Int. J. Fatigue*. 123 (2019) 31–39. doi:10.1016/j.ijfatigue.2019.01.013.
- [26] K.S. Chan, M. Koike, R.L. Mason, T. Okabe, Fatigue life of titanium alloys fabricated by additive layer manufacturing techniques for dental implants, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 44 (2013) 1010–1022. doi:10.1007/s11661-012-1470-4.
- [27] V. Chastand, P. Quaegebeur, W. Maia, E. Charkaluk, Comparative study of fatigue properties of Ti-6Al-4V specimens built by electron beam melting (EBM) and selective laser melting (SLM), *Mater. Charact.* 143 (2018) 76–81. doi:10.1016/j.matchar.2018.03.028.
- [28] E. Liverani, S. Toschi, L. Ceschini, A. Fortunato, Effect of selective laser melting (SLM) process parameters on microstructure and mechanical properties of 316L austenitic stainless steel, *J. Mater. Process. Technol.* 249 (2017) 255–263. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.05.042.
- [29] T. Morita, C. Tsuda, T. Nakano, Influences of scanning speed and short-time heat treatment on fundamental properties of Ti-6Al-4V alloy produced by EBM method, *Mater. Sci. Eng. A*. 704 (2017) 246–251. doi:10.1016/j.msea.2017.08.020.
- [30] B.E. Carroll, T.A. Palmer, A.M. Beese, Anisotropic tensile behavior of Ti-6Al-4V components fabricated with directed energy deposition additive manufacturing, *Acta Mater.* 87 (2015) 309–320. doi:10.1016/j.actamat.2014.12.054.
- [31] J. Ge, Y. Lei, T. Jin, Y. Chen, T. Ma, H. Fu, J. Lin, R. Xiao, Wire-arc additive manufacturing H13 part: 3D pore distribution, microstructural evolution, and mechanical performances, *J. Alloys Compd.* 783 (2018) 145–155. doi:10.1016/j.jallcom.2018.12.274.
- [32] Optomec, LENS 860 Hybrid, (n.d.). <https://www.optomec.com/wp-content/uploads/2018/10/LENS-860-Hybrid-OAWEB1018.pdf> (accessed April 20, 2019).
- [33] Sciaky, Electron Beam Additive Manufacturing, (n.d.). <http://www.sciaky.com/additive-manufacturing/electron-beam-additive-manufacturing-technology> (accessed April 20, 2019).

- [34] R. Rashid, S.H. Masood, D. Ruan, S. Palanisamy, R.A. Rahman Rashid, J. Elambasseril, M. Brandt, Effect of energy per layer on the anisotropy of selective laser melted AlSi12 aluminium alloy, *Addit. Manuf.* 22 (2018) 426–439. doi:10.1016/j.addma.2018.05.040.
- [35] H. Rao, S. Giet, K. Yang, X. Wu, C.H.J. Davies, The influence of processing parameters on aluminium alloy A357 manufactured by Selective Laser Melting, *Mater. Des.* 109 (2016) 334–346. doi:10.1016/j.matdes.2016.07.009.
- [36] M. Zhang, C. Sun, X. Zhang, J. Wei, D. Hardacre, H. Li, High cycle fatigue and ratcheting interaction of laser powder bed fusion stainless steel 316L : Fracture behaviour and stress-based modelling, *Int. J. Fatigue.* 121 (2019) 252–264. doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.12.016.
- [37] H.W. Lee, K.H. Jung, S.K. Hwang, S.H. Kang, D.K. Kim, Microstructure and mechanical anisotropy of CoCrW alloy processed by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 749 (2019) 65–73. doi:10.1016/j.msea.2019.02.013.
- [38] J. Kruth, M. Badrossamay, E. Yasa, J. Deckers, L. Thijs, J. Van Humbeeck, Part and material properties in selective laser melting of metals, 16th Int. Symp. Electromachining. (2010) 1–12.
- [39] M. Rombouts, Selective laser sintering/melting of iron-based powders, KU Leuven, 2006.
- [40] A. Boschetto, L. Bottini, F. Veniali, Roughness modeling of AlSi10Mg parts fabricated by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 241 (2017) 154–163. doi:10.1016/j.jmatprotec.2016.11.013.
- [41] K.L. Terrassa, J.C. Haley, B.E. MacDonald, J.M. Schoenung, Reuse of powder feedstock for directed energy deposition, *Powder Technol.* 338 (2018) 819–829. doi:10.1016/j.powtec.2018.07.065.
- [42] H.P. Tang, M. Qian, N. Liu, X.Z. Zhang, G.Y. Yang, J. Wang, Effect of Powder Reuse Times on Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V by Selective Electron Beam Melting, *Jom.* 67 (2015) 555–563. doi:10.1007/s11837-015-1300-4.
- [43] M.J. Heiden, L.A. Deibler, J.M. Rodelas, J.R. Koepke, D.J. Tung, D.J. Saiz, B.H. Jared, Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process, *Addit. Manuf.* 25 (2019) 84–103. doi:10.1016/j.addma.2018.10.019.
- [44] W. Steen, J. Mazumder, *Laser material processing*, Springer London, London, 2010. doi:10.1201/EBK1420071016.
- [45] J.C. Ion, *Laser Processing of Engineering Materials*, 2005. <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/174329405X59678>.
- [46] S. Katayama, *Handbook of Laser Welding Technologies*, 2013.
- [47] R. Fabbro, Melt pool and keyhole behaviour analysis for deep penetration laser welding, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 43 (2010). doi:10.1088/0022-3727/43/44/445501.
- [48] D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry*, 2011. doi:10.1007/978-3-642-17613-5.
- [49] J. Metelkova, Y. Kinds, K. Kempen, C. De Formanoir, A. Witvrouw, On the influence of laser defocusing in Selective Laser Melting of 316L, *Addit. Manuf.* 23 (2018) 161–169. doi:10.1016/j.addma.2018.08.006.
- [50] R. Fabbro, P. Peyre, C. Frederic, M. Schneider, Analysis and possible estimation of keyhole depths evolution using laser parameters and material properties ., (2017).
- [51] T.. Chawla, D.L. Graff, R.C. Borg, G.L. Bordner, D.P. Weber, D. Miller, THERMOPHYSICAL PROPERTIES OF MIXED OXIDE FUEL AND STAINLESS STEEL, *Nucl. Eng. Des.* 67 (1981) 57–74.

- [52] W.E. King, H.D. Barth, V.M. Castillo, G.F. Gallegos, J.W. Gibbs, D.E. Hahn, C. Kamath, A.M. Rubenchik, Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing, *J. Mater. Process. Technol.* 214 (2014) 2915–2925. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005.
- [53] D.B. Hann, J. Iammi, J. Folkes, A simple methodology for predicting laser-weld properties from material and laser parameters, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 44 (2011). doi:10.1088/0022-3727/44/44/445401.
- [54] S. Katayama, N. Seto, J.-D. Kim, A. Matsunawa, Formation Mechanism and Reduction Method of Porosity in Laser Welding of Stainless Steel, in: ICALEO® '97 Proc. Laser Mater. Process. Conf., 1997: pp. 83–92. doi:10.2351/1.5059741.
- [55] A.A. Martin, N.P. Calta, J.A. Hammons, S.A. Khairallah, M.H. Nielsen, R.M. Shuttlesworth, N. Sinclair, M.J. Matthews, J.R. Jeffries, T.M. Willey, J.R.I. Lee, Ultrafast dynamics of laser-metal interactions in additive manufacturing alloys captured by in situ X-ray imaging, *Mater. Today Adv.* 1 (2019) 100002. doi:10.1016/j.mtadv.2019.01.001.
- [56] S. Lu, H. Fujii, K. Nogi, Marangoni convection and weld shape variations in Ar-O₂ and Ar-CO₂ shielded GTA welding, *Mater. Sci. Eng. A.* 380 (2004) 290–297. doi:10.1016/j.msea.2004.05.057.
- [57] W. Pitscheneder, T. DebRoy, R. Mundra, R. Ebner, Role of Sulfur and Processing Variables on the Temporal Evolution of Weld Pool Geometry during Multikilowatt Laser Beam Welding of Steels ~ L a ' s / o r B ~ Conducti Mode on, *Weld. J.* (1996).
- [58] Z. Li, K. Mukai, M. Zeze, K.C. Mills, Determination of the surface tension of liquid stainless steel, *J. Mater. Sci.* 40 (2005) 2191–2195. doi:10.1007/s10853-005-1931-x.
- [59] K.C. Mills, Measurement and estimation of physical properties of metals at high temperatures, in: W.P. Series (Ed.), *Fundam. Metall.*, Elsevier, 2005: pp. 109–177. doi:10.1533/9781845690946.1.109.
- [60] J. Chapuis, Une approche pour l'optimisation des opérations de soudage à l'arc, Université de Montpellier 2, 2011. https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00600292/file/Chapuis_VerFinale.pdf.
- [61] S.R.S. Lord Rayleigh, On the Instability of a Cylinder of Viscous Liquid under Capillary Force, *Philos. Mag.* 34 (1892) 145–154.
- [62] P.S. Wei, The Physics of Weld Bead Defects, *Weld. Process.* 3 (2012). doi:10.5772/50668.
- [63] R. Fabbro, S. Slimani, F. Coste, F. Briand, Study of keyhole behaviour for full penetration Nd-Yag CW laser welding, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 38 (2005) 1881–1887. doi:10.1088/0022-3727/38/12/005.
- [64] A. Haboudou, Caractérisation, modélisation et maîtrise des porosités créées lors du soudage laser Nd-YAG d'alliages d'aluminium, Ecole centrale de Lyon, 2003.
- [65] A. V. Gusarov, I. Smurov, Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting, *Phys. Procedia.* 5 (2010) 381–394. doi:10.1016/j.phpro.2010.08.065.
- [66] S.A. Khairallah, A. Anderson, Mesoscopic simulation model of selective laser melting of stainless steel powder, *J. Mater. Process. Technol.* 214 (2014) 2627–2636. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.06.001.
- [67] V. Gunenthiram, P. Peyre, M. Schneider, M. Dal, F. Coste, R. Fabbro, Analysis of laser–melt pool–powder bed interaction during the selective laser melting of a stainless steel, *J. Laser Appl.* 29 (2017) 022303. doi:10.2351/1.4983259.
- [68] P. Bidare, I. Bitharas, R.M. Ward, M.M. Attallah, A.J. Moore, Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion, *Acta Mater.* 142 (2018) 107–120. doi:10.1016/j.actamat.2017.09.051.

- [69] M.J. Matthews, G. Guss, S.A. Khairallah, A.M. Rubenchik, P.J. Depond, W.E. King, Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes, *Acta Mater.* 114 (2016) 33–42. doi:10.1016/j.actamat.2016.05.017.
- [70] U. Scipioni Bertoli, G. Guss, S. Wu, M.J. Matthews, J.M. Schoenung, In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing, *Mater. Des.* 135 (2017) 385–396. doi:10.1016/j.matdes.2017.09.044.
- [71] V. Gunenthiram, P. Peyre, M. Schneider, M. Dal, F. Coste, I. Koutiri, R. Fabbro, Experimental analysis of spatter generation and melt-pool behavior during the powder bed laser beam melting process, *J. Mater. Process. Technol.* 251 (2018) 376–386. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.08.012.
- [72] D. Wang, S. Wu, F. Fu, S. Mai, Y. Yang, Y. Liu, C. Song, Mechanisms and characteristics of spatter generation in SLM processing and its effect on the properties, *Mater. Des.* 117 (2017) 121–130. doi:10.1016/j.matdes.2016.12.060.
- [73] A. Laohaprapanon, P. Jeanwattanachai, M. Wongcumchang, N. Chantarapanich, S. Chantawerod, K. Sitthiseripratip, S. Wisutmethangoon, Optimal Scanning Condition of Selective Laser Melting Processing with Stainless Steel 316L Powder, *Adv. Mater. Res.* 341–342 (2011) 816–820. doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.341-342.816.
- [74] I. Yadroitsev, P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, S. Johansson, I. Smurov, Energy input effect on morphology and microstructure of selective laser melting single track from metallic powder, *J. Mater. Process. Technol.* 213 (2013) 606–613. doi:10.1016/j.jmatprotec.2012.11.014.
- [75] C. Li, Y.B. Guo, J.B. Zhao, Interfacial phenomena and characteristics between the deposited material and substrate in selective laser melting Inconel 625, *J. Mater. Process. Technol.* 243 (2017) 269–281. doi:10.1016/j.jmatprotec.2016.12.033.
- [76] N.K. Tolochko, S.E. Mozzharov, I.A. Yadroitsev, T. Laoui, L. Froyen, V.I. Titov, M.B. Ignatiev, Balling processes during selective laser treatment of powders, *Rapid Prototyp. J.* 10 (2004) 78–87. doi:10.1108/13552540410526953.
- [77] R. Fabbro, M. Dal, P. Peyre, F. Coste, M. Schneider, V. Gunenthiram, R. Fabbro, M. Dal, P. Peyre, F. Coste, M. Schneider, V. Gunenthiram, parameters and material properties Analysis and possible estimation of keyhole depths evolution , using laser operating parameters and material properties, 032410 (2018). doi:10.2351/1.5040624.
- [78] W. Shi, Y. Liu, X. Shi, Y. Hou, P. Wang, G. Song, Beam diameter dependence of performance in thick-layer and high-power selective laser melting of Ti-6Al-4V, *Materials (Basel)*. 11 (2018). doi:10.3390/ma11071237.
- [79] L.E. Criales, Y.M. Arisoy, A. Donmez, T. Özel, B. Lane, S. Moylan, Laser powder bed fusion of nickel alloy 625: Experimental investigations of effects of process parameters on melt pool size and shape with spatter analysis, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 121 (2017) 22–36. doi:10.1016/j.ijmactools.2017.03.004.
- [80] N.T. Aboulkhair, N.M. Everitt, I. Ashcroft, C. Tuck, Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting, *Addit. Manuf.* 1 (2014) 77–86. doi:10.1016/j.addma.2014.08.001.
- [81] Z. Dong, Y. Liu, W. Wen, J. Ge, J. Liang, Effect of Hatch Spacing on Melt Pool and As-built Quality During Selective Laser Melting of Stainless Steel: Modeling and Experimental Approaches, *Materials (Basel)*. 12 (2018) 50. doi:10.3390/ma12010050.
- [82] W. Di, Y. Yongqiang, S. Xubin, C. Yonghua, Study on energy input and its influences on single-track, multi-track, and multi-layer in SLM, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 58 (2012) 1189–1199. doi:10.1007/s00170-011-3443-y.
- [83] C. Qiu, C. Panwisawas, M. Ward, H.C. Basoalto, J.W. Brooks, M.M. Attallah, On the role of

- melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting, *Acta Mater.* 96 (2015) 72–79. doi:10.1016/j.actamat.2015.06.004.
- [84] B. Vandenbroucke, J.P. Kruth, Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts, *Rapid Prototyp. J.* 13 (2007) 196–203. doi:10.1108/13552540710776142.
- [85] J.-P. Choi, G.-H. Shin, M. Brochu, K.-T. Kim, C.-W. Lee, S.-S. Yang, Y.-J. Kim, J.-H. Yu, D.-Y. Yang, Densification Behavior of 316L Stainless Steel Parts Fabricated by Selective Laser Melting by Variation in Laser Energy Density, *Mater. Trans.* 57 (2016) 1952–1959. doi:10.2320/matertrans.m2016284.
- [86] A.M. Rubenchik, W.E. King, S.S. Wu, Scaling laws for the additive manufacturing, *J. Mater. Process. Technol.* 257 (2018) 234–243. doi:10.1016/j.jmatprotec.2018.02.034.
- [87] U. Scipioni Bertoli, A.J. Wolfer, M.J. Matthews, J.P.R. Delplanque, J.M. Schoenung, On the limitations of Volumetric Energy Density as a design parameter for Selective Laser Melting, *Mater. Des.* 113 (2017) 331–340. doi:10.1016/j.matdes.2016.10.037.
- [88] A.B. Spierings, G. Levy, Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades, *Solid Free. Fabr. Proc.* (2009) 342–353.
- [89] M. Tang, P.C. Pistorius, J.L. Beuth, Prediction of lack-of-fusion porosity for powder bed fusion, *Addit. Manuf.* 14 (2017) 39–48. doi:10.1016/j.addma.2016.12.001.
- [90] A. Kudzal, B. McWilliams, C. Hofmeister, F. Kellogg, J. Yu, J. Taggart-Scarff, J. Liang, Effect of scan pattern on the microstructure and mechanical properties of Powder Bed Fusion additive manufactured 17-4 stainless steel, *Mater. Des.* 133 (2017) 205–215. doi:10.1016/j.matdes.2017.07.047.
- [91] J. Song, W. Wu, L. Zhang, B. He, L. Lu, X. Ni, Q. Long, G. Zhu, Role of scanning strategy on residual stress distribution in Ti-6Al-4V alloy prepared by selective laser melting, *Optik (Stuttg).* 170 (2018) 342–352. doi:10.1016/j.ijleo.2018.05.128.
- [92] M.F. Zaeh, G. Branner, Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting, *Prod. Eng.* 4 (2010) 35–45. doi:10.1007/s11740-009-0192-y.
- [93] W. Woo, D.K. Kim, E.J. Kingston, V. Luzin, F. Salvemini, M.R. Hill, Effect of interlayers and scanning strategies on through-thickness residual stress distributions in additive manufactured ferritic-austenitic steel structure, *Mater. Sci. Eng. A.* 744 (2019) 618–629. doi:10.1016/j.msea.2018.12.078.
- [94] B. McWilliams, B. Pramanik, A. Kudzal, J. Taggart-Scarff, High strain rate compressive deformation behavior of an additively manufactured stainless steel, *Addit. Manuf.* 24 (2018) 432–439. doi:10.1016/j.addma.2018.09.016.
- [95] S. Catchpole-Smith, N. Aboulkhair, L. Parry, C. Tuck, I.A. Ashcroft, A. Clare, Fractal scan strategies for selective laser melting of ‘unweldable’ nickel superalloys, *Addit. Manuf.* 15 (2017) 113–122. doi:10.1016/j.addma.2017.02.002.
- [96] M. Pothen, K. Winands, F. Klocke, Compensation of scanner based inertia for laser structuring processes, *29* (2017) 1–8.
- [97] A.M. Mancisidor, F. Garcíandia, M. San Sebastian, P. Alvarez, J. Diaz, I. Unanue, Reduction of the residual porosity in parts manufactured by selective laser melting using skywriting and high focus offset strategies, *Phys. Procedia.* 83 (2016) 864–873. doi:10.1016/j.phpro.2016.08.090.
- [98] L.N. Carter, C. Martin, P.J. Withers, M.M. Attallah, The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy, *J. Alloys Compd.* 615 (2014) 338–347. doi:10.1016/j.jallcom.2014.06.172.

- [99] C.M. Allen, B. Boardman, ASM Handbook, Volume 1, Properties and Selection : Irons , Steels , and High Performance Alloys Section : Publication Information and Contributors Publication Information and Contributors, 2005. doi:10.1002/jcb.240590830.
- [100] ISO/ASTM, ISO 15510:2014 Stainless steels -- Chemical composition, (2014) 61.
- [101] A.L. Schaeffler, Constitution diagram for stainless steel weld metal, *Met. Prog.* 11 (1949) 680.
- [102] W.T. DeLong, A modified phase diagram for stainless steel weld metals, *Met. Prog.* 77 (1960) 99–100.
- [103] W. Meiners, C. Over, K. Wissenbach, R. Poprawe, Direct Generation of Metal Parts and Tools by Selective Laser Powder Remelting (SLPR), *Proc. Solid Free. Fabr. Symp.* (1999) 655–661.
- [104] R. Morgan, C.J. Sutcliffe, W. O'Neill, Density analysis of direct metal laser re-melted 316L stainless steel cubic primitives, *J. Mater. Process. Technol.* 149 (2004) 616–622. doi:10.1016/j.jmatprotec.2003.11.051.
- [105] M. Wehmöller, P.H. Warnke, C. Zilian, H. Eufinger, Implant design and production-a new approach by selective laser melting, *Int. Congr. Ser.* 1281 (2005) 690–695. doi:10.1016/j.ics.2005.03.155.
- [106] J.-P. Kruth, B. Vandenbroucke, J. Van Vaerenbergh, I. Naert, Rapid Manufacturing of Dental Prostheses by means of Selective Laser Sintering / Melting, *J. Dent. Technol.* (2007) 24–32.
- [107] L. Hao, S. Dadbakhsh, O. Seaman, M. Felstead, Selective laser melting of a stainless steel and hydroxyapatite composite for load-bearing implant development, *J. Mater. Process. Technol.* 209 (2009) 5793–5801. doi:10.1016/j.jmatprotec.2009.06.012.
- [108] J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, B. Lauwers, Selective laser melting of iron-based powder, in: *J. Mater. Process. Technol.*, 2004: pp. 616–622. doi:10.1016/j.jmatprotec.2003.11.051.
- [109] H. Alsalla, L. Hao, C. Smith, Fracture toughness and tensile strength of 316L stainless steel cellular lattice structures manufactured using the selective laser melting technique, *Mater. Sci. Eng. A.* 669 (2016) 1–6. doi:10.1016/j.msea.2016.05.075.
- [110] Z. Xiao, Y. Yang, R. Xiao, Y. Bai, C. Song, D. Wang, Evaluation of topology-optimized lattice structures manufactured via selective laser melting, *Mater. Des.* 143 (2018) 27–37. doi:10.1016/j.matdes.2018.01.023.
- [111] P. (Pole I. de P. et d'Anticipation des M. Économiques), *Études Économiques Prospective De La Fabrication Additive*, 2017.
- [112] Z. Sun, X. Tan, S.B. Tor, W.Y. Yeong, Selective laser melting of stainless steel 316L with low porosity and high build rates, *Mater. Des.* 104 (2016) 197–204. doi:10.1016/j.matdes.2016.05.035.
- [113] C. Kamath, B. El-Dasher, G.F. Gallegos, W.E. King, A. Sisto, Density of additively-manufactured, 316L SS parts using laser powder-bed fusion at powers up to 400 W, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 74 (2014) 65–78. doi:10.1007/s00170-014-5954-9.
- [114] M.L. Montero-Sistiaga, M. Godino-Martinez, K. Boschmans, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, K. Vanmeensel, Microstructure evolution of 316L produced by HP-SLM (high power selective laser melting), *Addit. Manuf.* 23 (2018) 402–410. doi:10.1016/j.addma.2018.08.028.
- [115] SLM Solutions, SLM®800, (n.d.). <https://slm-solutions.us/product/slm-800/> (accessed April 20, 2019).
- [116] F. Bartolomeu, M. Buciumeanu, E. Pinto, N. Alves, O. Carvalho, F.S. Silva, G. Miranda, 316L stainless steel mechanical and tribological behavior — A comparison between selective laser

- melting , hot pressing and conventional casting, *Addit. Manuf.* 16 (2017) 81–89. doi:10.1016/j.addma.2017.05.007.
- [117] R. Casati, J. Lemke, M. Vedani, Microstructure and Fracture Behavior of 316L Austenitic Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting, *J. Mater. Sci. Technol.* 32 (2016) 738–744. doi:10.1016/j.jmst.2016.06.016.
- [118] P. Eriksson, Evaluation of mechanical and microstructural properties for laser powder-bed fusion 316L, Uppsala University, 2018. <http://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:1231504/FULLTEXT01.pdf>.
- [119] A. Röttger, K. Geenen, M. Windmann, F. Binner, W. Theisen, Comparison of microstructure and mechanical properties of 316 L austenitic steel processed by selective laser melting with hot-isostatic pressed and cast material, *Mater. Sci. Eng. A.* 678 (2016) 365–376. doi:10.1016/j.msea.2016.10.012.
- [120] S. Leuders, T. Lieneke, S. Lammers, T. Tröster, T. Niendorf, On the fatigue properties of metals manufactured by selective laser melting – The role of ductility, *J. Mater. Res.* 29 (2014) 1911–1919. doi:10.1557/jmr.2014.157.
- [121] A. Mertens, S. Reginster, Q. Contrepolis, T. Dormal, O. Lemaire, J. Lecomte-Beckers, Microstructures and Mechanical Properties of Stainless Steel AISI 316L Processed by Selective Laser Melting, *Mater. Sci. Forum.* 783–786 (2014) 898–903. doi:10.4028/www.scientific.net/msf.783-786.898.
- [122] M.S. Pham, B. Dovygytė, P.A. Hooper, Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing, *Mater. Sci. Eng. A.* 704 (2017) 102–111. doi:10.1016/j.msea.2017.07.082.
- [123] K. Saeidi, X. Gao, F. Lofaj, L. Kvetková, Z.J. Shen, Transformation of austenite to duplex austenite-ferrite assembly in annealed stainless steel 316L consolidated by laser melting, *J. Alloys Compd.* 633 (2015) 463–469. doi:10.1016/j.jallcom.2015.01.249.
- [124] J. Suryawanshi, K.G. Prashanth, U. Ramamurty, Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel, *Mater. Sci. Eng. A.* 696 (2017) 113–121. doi:10.1016/j.msea.2017.04.058.
- [125] I. Tolosa, F. Garcíandía, F. Zubiri, F. Zapirain, A. Esnaola, Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by “selective laser melting”, following different manufacturing strategies, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 51 (2010) 639–647. doi:10.1007/s00170-010-2631-5.
- [126] Y.M. Wang, T. Voisin, J.T. McKeown, J. Ye, N.P. Calta, Z. Li, Z. Zeng, Y. Zhang, W. Chen, T.T. Roehling, R.T. Ott, M.K. Santala, P.J. Depond, M.J. Matthews, A. V. Hamza, T. Zhu, Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility, *Nat. Mater.* 17 (2018) 63–70. doi:10.1038/NMAT5021.
- [127] Y.M. Wang, T. Voisin, J.T. McKeown, J. Ye, N.P. Calta, Z. Li, Z. Zeng, Y. Zhang, W. Chen, T.T. Roehling, R.T. Ott, M.K. Santala, P.J. Depond, M.J. Matthews, A. V. Hamza, T. Zhu, Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility - supplementary information, *Nat. Mater.* 17 (2018) 63–70. doi:10.1038/NMAT5021.
- [128] M. Yakout, M.A. Elbestawi, S.C. Veldhuis, Density and mechanical properties in selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L, *J. Mater. Process. Technol.* 266 (2019) 397–420. doi:10.1016/j.jmatprotec.2018.11.006.
- [129] Y. Zhong, L. Liu, S. Wikman, D. Cui, Z. Shen, Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting, *J. Nucl. Mater.* 470 (2016) 170–178. doi:10.1016/j.jnucmat.2015.12.034.
- [130] I. Yadroitsev, I. Smurov, Selective laser melting technology: From the single laser melted track

- stability to 3D parts of complex shape, *Phys. Procedia*. 5 (2010) 551–560. doi:10.1016/j.phpro.2010.08.083.
- [131] X. Deng, G. Piotrowski, N. Chawla, Effect of Pore Clustering on the Mechanical Behavior of Powder Metallurgy (P / M) Steels, (2004) 4–10.
- [132] X. Deng, G.B. Piotrowski, J.J. Williams, N. Chawla, Effect of porosity and tension-compression asymmetry on the Bauschinger effect in porous sintered steels, *Int. J. Fatigue*. 27 (2005) 1233–1243. doi:10.1016/j.ijfatigue.2005.06.041.
- [133] B. Zhang, L. Dembinski, C. Coddet, The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder, *Mater. Sci. Eng. A*. 584 (2013) 21–31. doi:10.1016/j.msea.2013.06.055.
- [134] J.C. Wang, Young’s modulus of porous materials - Part 1 Theoretical derivation of modulus-porosity correlation, *J. Mater. Sci.* 19 (1984) 801–808. doi:10.1007/BF00540451.
- [135] C. Qiu, M. Al Kindi, A.S. Aladawi, I. Al Hatmi, A comprehensive study on microstructure and tensile behaviour of a selectively laser melted stainless steel, *Sci. Rep.* 8 (2018) 1–16. doi:10.1038/s41598-018-26136-7.
- [136] BS EN 10216-5:2013, Seamless steel tubes for pressure purposes. Technical delivery conditions. Stainless steel tubes, in: *Strategy*, BSI, 2013.
- [137] BS EN 10083-1, Steels for quenching and tempering, (2006).
- [138] T.M. Mower, M.J. Long, Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials, *Mater. Sci. Eng. A*. 651 (2016) 198–213. doi:10.1016/j.msea.2015.10.068.
- [139] P. Krakhmalev, I. Yadroitsava, G. Fredriksson, I. Yadroitsev, Microstructural and Thermal Stability of Selective Laser Melted 316L Stainless Steel Single Tracks, *South African J. Ind. Eng.* 28 (2017) 12–19. doi:10.7166/28-1-1466.
- [140] D. Kong, C. Dong, X. Ni, L. Zhang, J. Yao, C. Man, X. Cheng, K. Xiao, X. Li, Mechanical properties and corrosion behavior of selective laser melted 316L stainless steel after different heat treatment processes, *J. Mater. Sci. Technol.* 35 (2019) 1499–1507. doi:10.1016/j.jmst.2019.03.003.
- [141] H. Sassoulas, Traitements thermiques des aciers inoxydables, *Tech. l’ingénieur*. (1997) 1–22. <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/traitements-thermiques-des-aciers-des-alliages-et-des-fontes-42364210/traitements-thermiques-des-aciers-inoxydables-m1155/>.
- [142] N.P. Lavery, J. Cherry, S. Mehmood, H. Davies, B. Girling, E. Sackett, S.G.R. Brown, J. Sienz, Effects of hot isostatic pressing on the elastic modulus and tensile properties of 316L parts made by powder bed laser fusion, *Mater. Sci. Eng. A*. 693 (2017) 186–213. doi:10.1016/j.msea.2017.03.100.
- [143] D. Wang, C. Song, Y. Yang, Y. Bai, Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts, *Mater. Des.* 100 (2016) 291–299. doi:10.1016/j.matdes.2016.03.111.
- [144] M. Zhang, C.N. Sun, X. Zhang, P.C. Goh, J. Wei, D. Hardacre, H. Li, Fatigue and fracture behaviour of laser powder bed fusion stainless steel 316L: Influence of processing parameters, *Mater. Sci. Eng. A*. 703 (2017) 251–261. doi:10.1016/j.msea.2017.07.071.
- [145] L. Liu, Q. Ding, Y. Zhong, J. Zou, J. Wu, Y.L. Chiu, J. Li, Z. Zhang, Q. Yu, Z. Shen, Dislocation network in additive manufactured steel breaks strength–ductility trade-off, *Mater. Today*. 21 (2018) 354–361. doi:10.1016/j.mattod.2017.11.004.
- [146] A.A. Deev, P.A. Kuznetsov, S.N. Petrov, Anisotropy of mechanical properties and its correlation

- with the structure of the stainless steel 316L produced by the SLM method, *Phys. Procedia*. 83 (2016) 789–796. doi:10.1016/j.phpro.2016.08.081.
- [147] T. Niendorf, S. Leuders, A. Riemer, H.A. Richard, T. Tröster, D. Schwarze, Highly anisotropic steel processed by selective laser melting, *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* 44 (2013) 794–796. doi:10.1007/s11663-013-9875-z.
- [148] O. Andreau, I. Koutiri, P. Peyre, J.-D. Penot, N. Saintier, E. Pessard, T. De Terris, C. Dupuy, T. Baudin, Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 264 (2019) 21–31. doi:10.1016/J.JMATPROTEC.2018.08.049.
- [149] M.F. Ashby, The deformation of plastically non-homogeneous materials, *Philos. Mag.* 21 (1970) 37–41. doi:10.1080/14786437008238426.
- [150] C.S. Kim, Thermophysical properties of stainless steel, Argonne National Laboratory, 1975.
- [151] M. Shamsujjoha, S.R. Agnew, J.M. Fitz-Gerald, W.R. Moore, T.A. Newman, High Strength and Ductility of Additively Manufactured 316L Stainless Steel Explained, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 49 (2018) 3011–3027. doi:10.1007/s11661-018-4607-2.
- [152] S. Kou, *Welding Metallurgy*, Hoboken, N.J. Wiley-Interscience, 2002. doi:10.1002/0471434027.
- [153] U. Scipioni Bertoli, B.E. MacDonald, J.M. Schoenung, Stability of cellular microstructure in laser powder bed fusion of 316L stainless steel, *Mater. Sci. Eng. A*. 739 (2019) 109–117. doi:10.1016/j.msea.2018.10.051.
- [154] K. Saeidi, X. Gao, Y. Zhong, Z.J. Shen, Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting, *Mater. Sci. Eng. A*. 625 (2015) 221–229. doi:10.1016/j.msea.2014.12.018.
- [155] Y. Yang, Y. Zhu, M.M. Khonsari, H. Yang, Wear anisotropy of selective laser melted 316L stainless steel, *Wear*. (2019). doi:10.1016/j.wear.2019.04.001.
- [156] M. Ziętała, T. Durejko, M. Polański, I. Kunce, T. Płociński, W. Zieliński, M. Łazińska, W. Stępniewski, T. Czujko, K.J. Kurzydowski, Z. Bojar, The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316 L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping, *Mater. Sci. Eng. A*. 677 (2016) 1–10. doi:10.1016/j.msea.2016.09.028.
- [157] Z. Sun, X. Tan, S.B. Tor, C.K. Chua, Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting, *NPG Asia Mater.* 10 (2018) 127–136. doi:10.1038/s41427-018-0018-5.
- [158] ASTM International, ASTM E1823-13 Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing, in: 2013: pp. 1–22. doi:10.1520/E1823-13.2.
- [159] I. Koutiri, Effet des fortes contraintes hydrostatiques sur la tenue en fatigue des matériaux métalliques, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2011.
- [160] K.A. Mohammad, E.S. Zainudin, S.M. Sapuan, N.I. Zahari, A. Aidy, Fatigue Life for Type 316L Stainless Steel under Cyclic Loading, *Adv. Mater. Res.* 701 (2013) 77–81. doi:10.4028/www.scientific.net/amr.701.77.
- [161] S. Nishijima, K. Kanazawa, Stepwise S-N curve and fish-eye failure in gigacycle fatigue, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 22 (1999) 601–607. doi:10.1046/j.1460-2695.1999.00206.x.
- [162] B. Pyttel, D. Schwerdt, C. Berger, Very high cycle fatigue - Is there a fatigue limit?, *Int. J. Fatigue*. 33 (2011) 49–58. doi:10.1016/j.ijfatigue.2010.05.009.
- [163] Y. Murakami, T. Nomoto, T. Ueda, Factors influencing the mechanism of superlong fatigue

- failure in steels, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 22 (1999) 581–590. doi:10.1046/j.1460-2695.1999.00187.x.
- [164] J.A. Bannatine, J.J. Comer, L. Handrock, James, *Fundamentals of Metal Fatigue Analysis*, 1990.
- [165] M. Mineur, *Conditions locales d’amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD)*, Université de Poitiers, 2000.
- [166] ASM International, Volume 19 - Fatigue and Fracture, 1996. doi:10.1017/CBO9781107415324.004.
- [167] B. Crossland, Effect of large hydrostatic pressures on the torsional fatigue strength of an alloy steel, in: *Proc. Int. Conf. Fatigue Met.*, Institution of Mechanical Engineers, 1956.
- [168] K. Dang Van, B. Griveau, O. Message, On a New multiaxial fatigue limit criterion : Theory and application, in: M.W. Brown, K.J. Miller (Eds.), *Biaxial and Multiaxial Fatigue*, Mechanical, 1989: pp. 479–496. doi:10.1007/978-3-319-17527-0_25.
- [169] A. Falkowska, A. Seweryn, A. Tomczyk, Fatigue life and strength of 316L sintered steel of varying porosity, *Int. J. Fatigue.* 111 (2018) 161–176. doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.02.023.
- [170] P. Paris, F. Erdogan, A Critical Analysis of Crack Propagation Laws, *J. Basic Eng.* 85 (1963) 528–533. doi:10.1115/1.3656902.
- [171] K. Tanaka, *Mechanics and Micromechanics of Fatigue Crack Propagation*, *Fract. Mech. Perspect. Dir.* (2008) 151-151–33. doi:10.1520/stp18824s.
- [172] H. Kitagawa, S. Takahashi, Applicability of fracture mechanics to very small cracks or the cracks in the early stage, *Proc. 2nd Int. Conf. Mech. Behav. Mater - ICM2.* (1976) 627–631.
- [173] Y. Murakami, *Metal Fatigue : Effect of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*, Elsevier, 2002.
- [174] P. Lukáš, L. Kunz, Effect of Mean Stress on Short Crack Threshold, *ESIS, Mech. Eng. Publ. Ltd.* 13 (1992) 265–275.
- [175] R. Guerchais, F. Morel, N. Saintier, The effect of the microstructure and defects on crack initiation in 316L stainless steel under multiaxial high cycle fatigue, *Adv. Mater. Res.* 891–892 (2014) 815–820. doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.891-892.815.
- [176] A.B. Spierings, T.L. Starr, I. Ag, Fatigue performance of additive manufactured metallic parts, 2 (2013) 88–94. doi:10.1108/13552541311302932.
- [177] M.R. Bayoum, A.K. Abdellatif, EFFECT OF SURFACE FINISH ON FATIGUE STRENGTH, 51 (1995) 861–870.
- [178] J.H. Rao, Y. Zhang, A. Huang, X. Wu, K. Zhang, Improving fatigue performances of selective laser melted Al-7Si-0.6Mg alloy via defects control, *Int. J. Fatigue.* 129 (2019) 105215. doi:10.1016/j.ijfatigue.2019.105215.
- [179] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H.A. Richard, H.J. Maier, On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance, *Int. J. Fatigue.* 48 (2013) 300–307. doi:10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011.
- [180] L.R. Saitova, H.W. Höppel, M. Göken, I.P. Semenova, R.Z. Valiev, Cyclic deformation behavior and fatigue lives of ultrafine-grained Ti-6AL-4V ELI alloy for medical use, *Int. J. Fatigue.* 31 (2009) 322–331. doi:10.1016/j.ijfatigue.2008.08.007.
- [181] A. Riemer, S. Leuders, M. Thöne, H.A. Richard, T. Tröster, T. Niendorf, On the fatigue crack growth behavior in 316L stainless steel manufactured by selective laser melting, *Eng. Fract.*

- Mech. 120 (2014) 15–25. doi:10.1016/j.engfracmech.2014.03.008.
- [182] R. Shrestha, J. Simsiriwong, N. Shamsaei, Fatigue behavior of additive manufactured 316L stainless steel parts: Effects of layer orientation and surface roughness, *Addit. Manuf.* 28 (2019) 23–38. doi:10.1016/j.addma.2019.04.011.
- [183] I.E. Anderson, E.M.H. White, R. Dehoff, Feedstock powder processing research needs for additive manufacturing development, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 22 (2018) 8–15. doi:10.1016/j.cossms.2018.01.002.
- [184] E. Chauvet, P. Kontis, E.A. Jägle, B. Gault, D. Raabe, C. Tassin, J.J. Blandin, R. Dendievel, B. Vayre, S. Abed, G. Martin, Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based superalloy produced by selective electron Beam Melting, *Acta Mater.* 142 (2018) 82–94. doi:10.1016/j.actamat.2017.09.047.
- [185] Y. Li, D. Gu, Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder, *Mater. Des.* 63 (2014) 856–867. doi:10.1016/j.matdes.2014.07.006.
- [186] V. Shankar, T.P.S. Gill, S.L. Mannan, S. Sundarlsan, Solidification cracking in austenitic stainless steel welds, *Sadhana - Acad. Proc. Eng. Sci.* 28 (2003) 359–382. doi:10.1007/BF02706438.
- [187] A.Y. Jang, D.J. Lee, S.H. Lee, J.H. Shim, S.W. Kang, H.W. Lee, Effect of Cr/Ni equivalent ratio on ductility-dip cracking in AISI 316L weld metals, *Mater. Des.* 32 (2011) 371–376. doi:10.1016/j.matdes.2010.06.016.
- [188] G. Kasperovich, J. Haubrich, J. Gussone, G. Requena, Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting, *Mater. Des.* 105 (2016) 160–170. doi:10.1016/j.matdes.2016.05.070.
- [189] K. Darvish, Z.W. Chen, T. Pasang, Reducing lack of fusion during selective laser melting of CoCrMo alloy: Effect of laser power on geometrical features of tracks, *Mater. Des.* 112 (2016) 357–366. doi:10.1016/j.matdes.2016.09.086.
- [190] V.H. Lysne, Microstructural and physical investigation on the effect of process parameters on stainless steel 316L prepared by Selective Laser Melting, University of Stavanger, 2016. doi:10.1177/0739456X9401300405.
- [191] Student, The Probable Error of a Mean, *Biometrika.* (1908) 1–25.
- [192] M.A. Groeber, T. Butler, K. Chaput, E. Schwalbach, S. Donegan, J. Miller, Application of characterization, modelling, and analytics towards understanding process-structure linkages in metallic 3D printing, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 219 (2017) 012002. doi:10.1088/1757-899x/219/1/012002.
- [193] S.A. Khairallah, A.T. Anderson, A. Rubenchik, W.E. King, Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones, *Acta Mater.* 108 (2016) 36–45. doi:10.1016/j.actamat.2016.02.014.
- [194] A.A. Martin, N.P. Calta, S.A. Khairallah, J. Wang, P.J. Depond, A.Y. Fong, Y. Thampy, G.M. Guss, A.M. Kiss, K.H. Stone, C.J. Tassone, J. Nelson Weker, M.F. Toney, A. Van Buuren, M.J. Matthews, Dynamics of pore formation during laser powder bed fusion additive manufacturing, *Nat. Commun.* (n.d.) 1–10. doi:10.1038/s41467-019-10009-2.
- [195] R.D. Engquist, EFFECTS OF LASERS ON FRACTURE OF MATERIALS, in: *Fract. Met.*, Elsevier, 1969: pp. 399–424. doi:10.1016/B978-0-12-449706-1.50013-5.
- [196] L. Thijs, K. Kempen, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, *Acta Mater.* 61

- (2013) 1809–1819. doi:10.1016/j.actamat.2012.11.052.
- [197] J. Liu, A.C. To, Quantitative texture prediction of epitaxial columnar grains in additive manufacturing using selective laser melting, *Addit. Manuf.* 16 (2017) 58–64. doi:10.1016/j.addma.2017.05.005.
- [198] N. Nadammal, S. Cabeza, T. Mishurova, T. Thiede, A. Kromm, C. Seyfert, L. Farahbod, C. Haberland, J.A. Schneider, P.D. Portella, G. Bruno, Effect of hatch length on the development of microstructure, texture and residual stresses in selective laser melted superalloy Inconel 718, *Mater. Des.* 134 (2017) 139–150. doi:10.1016/j.matdes.2017.08.049.
- [199] H.Y. Wan, Z.J. Zhou, C.P. Li, G.F. Chen, G.P. Zhang, Effect of scanning strategy on grain structure and crystallographic texture of Inconel 718 processed by selective laser melting, *J. Mater. Sci. Technol.* (2018). doi:https://doi.org/10.1016/j.jmst.2018.02.002.
- [200] S.H. Sun, K. Hagihara, T. Nakano, Effect of scanning strategy on texture formation in Ni-25 at.%Mo alloys fabricated by selective laser melting, *Mater. Des.* 140 (2018) 307–316. doi:10.1016/j.matdes.2017.11.060.
- [201] R. Fabbro, Dynamic approach of the keyhole and melt pool behavior for deep penetration Nd-Yag laser welding, *AIP Conf. Proc.* 1047 (2008) 18–24. doi:10.1063/1.2999933.
- [202] C. Moussa, M. Bernacki, R. Besnard, N. Bozzolo, Statistical analysis of dislocations and dislocation boundaries from EBSD data, *Ultramicroscopy.* 179 (2017) 63–72. doi:10.1016/j.ultramic.2017.04.005.
- [203] X. Zhou, K. Li, D. Zhang, X. Liu, J. Ma, W. Liu, Z. Shen, Textures formed in a CoCrMo alloy by selective laser melting, *J. Alloys Compd.* 631 (2015) 153–164. doi:10.1016/j.jallcom.2015.01.096.
- [204] Y. Arata, F. Matsuda, A. Matsui, Effect of Welding Condition on Solidification Structure in Weld Metal of Aluminum Alloy Sheets, *Trans. J. Weld. Res. Institute.* 3 (1974) 89–97. https://ir.library.osaka-u.ac.jp/repo/ouka/all/5158/.
- [205] A. Hellawell, P.M. Herbert, The development of preferred orientations during the freezing of metals and alloys, *Proc. R. Soc. London. Ser. A. Math. Phys. Sci.* 269 (1962) 560–573. doi:10.1098/rspa.1962.0196.
- [206] G.J. Davies, J.G. Garland, Solidification Structures and Properties of Fusion Welds, *Int. Metall. Rev.* 20 (1975) 83–108. doi:10.1179/imt.1975.20.1.83.
- [207] V. Ocelík, I. Furár, J.T.M. De Hosson, Microstructure and properties of laser clad coatings studied by orientation imaging microscopy, *Acta Mater.* 58 (2010) 6763–6772. doi:10.1016/j.actamat.2010.09.002.
- [208] G.P. Dinda, A.K. Dasgupta, J. Mazumder, Texture control during laser deposition of nickel-based superalloy, *Scr. Mater.* 67 (2012) 503–506. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.06.014.
- [209] B. Dovgyy, M.S. Pham, Epitaxial growth in 316L steel and CoCrFeMnNi high entropy alloy made by powder-bed laser melting, *AIP Conf. Proc.* 1960 (2018). doi:10.1063/1.5035000.
- [210] J. Campbell, Controlled Solidification Techniques, *Complet. Cast. Handb.* (2015) 883–891. doi:10.1016/B978-0-444-63509-9.00017-0.
- [211] A. Bin Anwar, Q.C. Pham, Selective laser melting of AlSi10Mg: Effects of scan direction, part placement and inert gas flow velocity on tensile strength, *J. Mater. Process. Technol.* 240 (2017) 388–396. doi:10.1016/j.jmatprotec.2016.10.015.
- [212] T. Scholz, K. Dickmann, A. Ostendorf, H. Uphoff, M. Michalewicz, Effect of process parameters on the formation of laser-induced nanoparticles during material processing with continuous solid-state lasers, *J. Laser Appl.* 27 (2015) 032001. doi:10.2351/1.4916081.

- [213] K.W. Park, S.J. Na, Theoretical investigations on multiple-reflection and Rayleigh absorption-emission-scattering effects in laser drilling, *Appl. Surf. Sci.* 256 (2010) 2392–2399. doi:10.1016/j.apsusc.2009.10.073.
- [214] J.L. Bartlett, F.M. Heim, Y. V. Murty, X. Li, In situ defect detection in selective laser melting via full-field infrared thermography, *Addit. Manuf.* 24 (2018) 595–605. doi:10.1016/j.addma.2018.10.045.
- [215] R.J. Smith, M. Hirsch, R. Patel, W. Li, A.T. Clare, S.D. Sharples, Spatially resolved acoustic spectroscopy for selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 236 (2016) 93–102. doi:10.1016/j.jmatprotec.2016.05.005.
- [216] S. Tammam-Williams, H. Zhao, F. Léonard, F. Derguti, I. Todd, P.B. Prangnell, XCT analysis of the influence of melt strategies on defect population in Ti-6Al-4V components manufactured by Selective Electron Beam Melting, *Mater. Charact.* 102 (2015) 47–61. doi:10.1016/j.matchar.2015.02.008.
- [217] T. Sol, S. Hayun, D. Noiman, E. Tiferet, O. Yehekel, O. Tevet, Nondestructive ultrasonic evaluation of additively manufactured AlSi10Mg samples, *Addit. Manuf.* 22 (2018) 700–707. doi:10.1016/j.addma.2018.06.016.
- [218] P.A. Rometsch, D. Pelliccia, D. Tomus, X. Wu, Evaluation of polychromatic X-ray radiography defect detection limits in a sample fabricated from Hastelloy X by selective laser melting, *NDT E Int.* 62 (2014) 184–192. doi:10.1016/j.ndteint.2013.12.014.
- [219] Y.J. Liu, S.J. Li, H.L. Wang, W.T. Hou, Y.L. Hao, R. Yang, T.B. Sercombe, L.C. Zhang, Microstructure, defects and mechanical behavior of beta-type titanium porous structures manufactured by electron beam melting and selective laser melting, *Acta Mater.* 113 (2016) 56–67. doi:10.1016/j.actamat.2016.04.029.
- [220] T. Voisin, N.P. Calta, S.A. Khairallah, J.B. Forien, L. Balogh, R.W. Cunningham, A.D. Rollett, Y.M. Wang, Defects-dictated tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V, *Mater. Des.* 158 (2018) 113–126. doi:10.1016/j.matdes.2018.08.004.
- [221] T. Voisin, N.P. Calta, S.A. Khairallah, J.B. Forien, L. Balogh, R.W. Cunningham, A.D. Rollett, Y.M. Wang, Defects-dictated tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V, *Mater. Des.* 158 (2018) 113–126. doi:10.1016/j.matdes.2018.08.004.
- [222] C. Millon, Contribution à l'inspection d'échantillons de fabrication additive métallique par ondes de Rayleigh au moyen d'une méthode ultrasons-laser, Conservatoire National des Arts et Métiers, 2018. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01962224>.
- [223] P. Li, D.H. Warner, A. Fatemi, N. Phan, Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V and perspective for future research, *Int. J. Fatigue.* 85 (2016) 130–143. doi:10.1016/j.ijfatigue.2015.12.003.
- [224] A. Yadollahi, N. Shamsaei, Additive manufacturing of fatigue resistant materials: Challenges and opportunities, *Int. J. Fatigue.* 98 (2017) 14–31. doi:10.1016/j.ijfatigue.2017.01.001.
- [225] S. Siddique, M. Imran, M. Rauer, M. Kaloudis, E. Wycisk, C. Emmelmann, F. Walther, Materials & Design Computed tomography for characterization of fatigue performance of selective laser melted parts, *Mater. Des.* 83 (2015) 661–669. doi:10.1016/j.matdes.2015.06.063.
- [226] G. Nicoletto, G. Anzelotti, R. Konečná, X-ray computed tomography vs. metallography for pore sizing and fatigue of cast Al-alloys, *Procedia Eng.* 2 (2010) 547–554. doi:10.1016/j.proeng.2010.03.059.
- [227] V.D. Le, Étude de l'influence des hétérogénéités microstructurales sur la tenue en fatigue à grand nombre de cycles des alliages d'aluminium de fonderie, École Nationale Supérieure des Arts et Métiers, 2016. <http://www.theses.fr/2016ENAM0012/document>.

- [228] Y. Murakami, S. Beretta, Small Defects and Inhomogeneities in Fatigue Strength: Experiments, Models and Statistical Implications, *Extremes*. 2 (1999) 123–147. doi:10.1023/A:1009976418553.
- [229] Y. Murakami, STANDARD FOR ADDITIVELY MANUFACTURED SPACEFLIGHT HARDWARE BY LASER POWDER BED FUSION IN METALS, 1994. doi:10.6028/jres.099.032.
- [230] ASTM E2283 - 08, Standard Practice for Extreme Value Analysis of Nonmetallic Inclusions in Steel and Other Microstructural Features, B. Stand. 03.01 (2014). <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?E2283>.
- [231] S. Romano, A. Brandão, J. Gumpinger, M. Gschweidl, S. Beretta, Materials & Design Qualification of AM parts : Extreme value statistics applied to tomographic measurements, 131 (2017) 32–48. doi:10.1016/j.matdes.2017.05.091.
- [232] V.-D. Le, E. Pessard, F. Morel, F. Edy, I.R.T.J. Verne, Influence of porosity on the fatigue behaviour of additively fabricated TA6V alloys, 02008 (2018) 1–9.
- [233] George C Marshall Space Flight Center, Standard Specification for Control and Qualification of Laser Powder Bed Fusion, 2017. <https://www.nasa.gov/sites/default/files/atoms/files/msfcstd3716baseline.pdf>.
- [234] Y. Murakami, M. Endo, A Geometrical Parameter for the Quantitative Estimation of the Effects of Small Defects on Fatigue Strength of Metals, *Trans. Japan Soc. Mech. Eng.* 49 (1983) 127–136. doi:10.1061/ASCE1090-02412003129:112.
- [235] Y. Yamashita, T. Murakami, R. Mihara, M. Okada, Y. Murakami, Defect analysis and fatigue design basis for Ni-based superalloy 718 manufactured by selective laser melting, *Int. J. Fatigue*. 117 (2018) 485–495. doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.08.002.
- [236] S. Romano, A. Brückner-foit, A. Brandão, J. Gumpinger, T. Ghidini, S. Beretta, Fatigue properties of AlSi10Mg obtained by additive manufacturing : Defect-based modelling and prediction of fatigue strength, *Eng. Fract. Mech.* 187 (2018) 165–189. doi:10.1016/j.engfracmech.2017.11.002.
- [237] E.J. Gumbel, The Return Period of Flood Flows, *Ann. Math. Stat.* 12 (1941) 163–190. doi:10.1214/aoms/1177731747.
- [238] E. Pessard, B. Abrivard, F. Morel, F. Abroug, P. Delhaye, The effect of quenching and defects size on the HCF behaviour of Boron steel, *Int. J. Fatigue*. 68 (2014) 80–89. doi:10.1016/j.ijfatigue.2014.06.002.
- [239] J. Rawers, F. Croydon, R. Krabbe, N. Duttlinger, Tensile Characteristics of Nitrogen Enhanced Powder Injection Moulded 316L Stainless Steel, *Powder Metall.* 39 (1996) 125–129. doi:10.1179/pom.1996.39.2.125.
- [240] M.S. Pham, S.R. Holdsworth, K.G.F. Janssens, E. Mazza, Cyclic deformation response of AISI 316L at room temperature: Mechanical behaviour, microstructural evolution, physically-based evolutionary constitutive modelling, *Int. J. Plast.* 47 (2013) 143–164. doi:10.1016/j.ijplas.2013.01.017.
- [241] J. Zhou, Z. Sun, P. Kanouté, D. Reirant, Experimental analysis and constitutive modelling of cyclic behaviour of 316L steels including hardening/softening and strain range memory effect in LCF regime, *Int. J. Plast.* 107 (2018) 54–78. doi:10.1016/j.ijplas.2018.03.013.
- [242] M.S. Pham, S.R. Holdsworth, K.G.F. Janssens, E. Mazza, Cyclic deformation response of AISI 316L at room temperature: Mechanical behaviour, microstructural evolution, physically-based evolutionary constitutive modelling, *Int. J. Plast.* 47 (2013) 143–164. doi:10.1016/j.ijplas.2013.01.017.

- [243] X.F. Xie, W. Jiang, J. Chen, X. Zhang, S.T. Tu, Cyclic hardening/softening behavior of 316L stainless steel at elevated temperature including strain-rate and strain-range dependence: Experimental and damage-coupled constitutive modeling, *Int. J. Plast.* 114 (2019) 196–214. doi:10.1016/j.ijplas.2018.11.001.
- [244] J. Zhou, Z. Sun, P. Kanouté, D. Reirant, Experimental analysis and constitutive modelling of cyclic behaviour of 316L steels including hardening/softening and strain range memory effect in LCF regime, *Int. J. Plast.* 107 (2018) 54–78. doi:10.1016/j.ijplas.2018.03.013.
- [245] D.C. Maxwell, T. Nicholas, A rapid method for generation of a Haigh Diagram for high cycle fatigue, in: T.L. Panotín, S.D. Sheppard (Eds.), 29, *Fatigue an*, 1999: pp. 626–641.
- [246] T. Nicholas, Step loading for very high cycle fatigue, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 25 (2002) 861–869.
- [247] D. Davidson, K. Chan, R. McClung, S. Hudak, 4.05 - Small Fatigue Cracks, 2007. doi:10.1016/B0-08-043749-4/04073-8.
- [248] R. Guerchais, Influence d'accidents géométriques et du mode de chargement sur le comportement en fatigue à grand nombre de cycles d'un acier inoxydable austénitique 316L, l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2014.
- [249] L. Makkonen, R. Rabb, M. Tikanmäki, Size effect in fatigue based on the extreme value distribution of defects, *Mater. Sci. Eng. A.* 594 (2014) 68–71. doi:10.1016/j.msea.2013.11.045.
- [250] P. Osmond, V.D. Le, F. Morel, D. Bellett, N. Saintier, Effect of porosity on the fatigue strength of cast aluminium alloys: From the specimen to the structure, *Procedia Eng.* 213 (2018) 630–643. doi:10.1016/j.proeng.2018.02.059.
- [251] Y. UEMURA, Y. MURAKAMI, A numerical simulation of evaluating the maximum size of inclusions to examine the validity of the metallographic determination of the maximum size of inclusions., *Trans. Japan Soc. Mech. Eng. Ser. A.* 56 (1990) 162–167. doi:10.1299/kikaia.56.162.
- [252] S. Romano, A. Abel, J. Gumpinger, A.D. Brandão, S. Beretta, Quality control of AlSi10Mg produced by SLM: metallography versus CT scans for critical defect size assessment, *Addit. Manuf.* (2019). doi:10.1016/j.addma.2019.05.017.
- [253] K.S. Chan, Roles of microstructure in fatigue crack initiation, *Int. J. Fatigue.* 32 (2010) 1428–1447. doi:10.1016/j.ijfatigue.2009.10.005.
- [254] A. Rotella, Y. Nadot, M. Piellard, R. Augustin, M. Fleuriot, Fatigue limit of a cast Al-Si-Mg alloy (A357-T6) with natural casting shrinkages using ASTM standard X-ray inspection, *Int. J. Fatigue.* 114 (2018) 177–188. doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.05.026.
- [255] I. SERRANO MUNOZ, Influence of casting defects on fatigue behaviour of A356 aluminium alloy, 2014. doi:10.1179/1743133614Y.0000000120.
- [256] J. Petit, J. de Fouquet, G. Henaff, Influence of ambient atmosphere on fatigue crack growth behaviour of metals, in: *Handb. Fatigue Crack Propag. Met. Struct.*, 2012: pp. 1159–1203. doi:10.1016/b978-0-444-81645-0.50010-x.
- [257] I. Maskery, N.T. Aboulkhair, M.R. Cor, C. Tuck, A.T. Clare, R.K. Leach, R.D. Wildman, I.A. Ashcroft, R.J.M. Hague, Materials Characterization Quantification and characterisation of porosity in selectively laser melted Al – Si10 – Mg using X-ray computed tomography, 111 (2016) 193–204. doi:10.1016/j.matchar.2015.12.001.
- [258] S. Beretta, S. Romano, A comparison of fatigue strength sensitivity to defects for materials manufactured by AM or traditional processes, *Int. J. Fatigue.* 94 (2017) 178–191. doi:10.1016/j.ijfatigue.2016.06.020.
- [259] V.D. Le, E. Pessard, F. Morel, F. Edy, Interpretation of the fatigue anisotropy of additively

- manufactured TA6V alloys via a fracture mechanics approach, *Eng. Fract. Mech.* 214 (2019) 410–426. doi:10.1016/j.engfracmech.2019.03.048.
- [260] H. Gong, Generation An Detection Of Defects In Metallic Parts Fabricated By Selective Laser Melting And Electron Beam Melting And Their Effects On Mechanical Properties, *Univ. Louisv.* (2013). doi:10.18297/etd/515.
- [261] F. Esposito, A. Gatto, E. Bassoli, L. Denti, A Study on the Use of XCT and FEA to Predict the Elastic Behavior of Additively Manufactured Parts of Cylindrical Geometry, *J. Nondestruct. Eval.* 37 (2018). doi:10.1007/s10921-018-0525-x.
- [262] R. Fadida, D. Rittel, A. Shirizly, Dynamic Mechanical Behavior of Additively Manufactured Ti6Al4V With Controlled Voids, *J. Appl. Mech.* 82 (2015) 041004. doi:10.1115/1.4029745.
- [263] R. Fadida, A. Shirizly, D. Rittel, Dynamic Tensile Response of Additively Manufactured Ti6Al4V With Embedded Spherical Pores, *J. Appl. Mech.* 85 (2018) 041004. doi:10.1115/1.4039048.
- [264] R. Fadida, A. Shirizly, D. Rittel, The static and dynamic shear-tension mechanical response of AM Ti6Al4V containing spherical and prolate voids, *Int. J. Eng. Sci.* 141 (2019) 1–15. doi:10.1016/j.ijengsci.2019.05.003.
- [265] A. Junet, A. Messenger, X. Boulmat, A. Weck, E. Boller, L. Helfen, J.-Y. Buffiere, Fabrication of artificial defects to study internal fatigue crack propagation in metals, *Scr. Mater.* 171 (2019) 87–91. doi:10.1016/j.scriptamat.2019.05.018.
- [266] J.C. Fox, S.P. Moylan, B.M. Lane, Effect of Process Parameters on the Surface Roughness of Overhanging Structures in Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing, in: *Procedia CIRP*, 2016: pp. 131–134. doi:10.1016/j.procir.2016.02.347.
- [267] D. Wang, S. Mai, D. Xiao, Y. Yang, Surface quality of the curved overhanging structure manufactured from 316-L stainless steel by SLM, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 86 (2016) 781–792. doi:10.1007/s00170-015-8216-6.
- [268] A.M. Kamat, Y. Pei, An analytical method to predict and compensate for residual stress-induced deformation in overhanging regions of internal channels fabricated using powder bed fusion, *Addit. Manuf.* 29 (2019) 100796. doi:10.1016/j.addma.2019.100796.
- [269] J. Kruth, P. Mercelis, J. Van Vaerenbergh, T. Craeghs, Feedback control of Selective Laser Melting, *Proc. 3rd Int. Conf. Adv. Res. Virtual Rapid Prototyp.* (2007) 1–7.
- [270] T. Craeghs, S. Clijsters, E. Yasa, J.-P. Kruth, Online quality control of selective laser melting, *Solid Free Fabr. Proc.* (2011) 212–226. <http://utwired.engr.utexas.edu/lff/symposium/proceedingsarchive/pubs/Manuscripts/2011/2011-17-Craeghs.pdf>.
- [271] T. Craeghs, S. Clijsters, E. Yasa, F. Bechmann, S. Berumen, J.P. Kruth, Determination of geometrical factors in Layerwise Laser Melting using optical process monitoring, *Opt. Lasers Eng.* 49 (2011) 1440–1446. doi:10.1016/j.optlaseng.2011.06.016.
- [272] H. Chen, D. Gu, J. Xiong, M. Xia, Improving additive manufacturing processability of hard-to-process overhanging structure by selective laser melting, *J. Mater. Process. Technol.* 250 (2017) 99–108. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.06.044.
- [273] I. Serrano-Munoz, J.Y. Buffiere, C. Verdu, Casting defects in structural components: Are they all dangerous? A 3D study, *Int. J. Fatigue.* 117 (2018) 471–484. doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.08.019.
- [274] I. Serrano-Munoz, J.Y. Buffiere, R. Mokso, C. Verdu, Y. Nadot, Location, location & size: Defects close to surfaces dominate fatigue crack initiation, *Sci. Rep.* 7 (2017) 1–9.

- doi:10.1038/srep45239.
- [275] H.J. Gough, D.G. Sopwith, Some further experiments on atmospheric action in fatigue, *J. Institute Met.* 56 (1935) 477–506. doi:10.1109/TSC.2012.1.
- [276] J. Günther, D. Krewerth, T. Lippmann, S. Leuders, T. Tröster, A. Weidner, H. Biermann, T. Niendorf, Fatigue life of additively manufactured Ti–6Al–4V in the very high cycle fatigue regime, *Int. J. Fatigue.* 94 (2017) 236–245. doi:10.1016/j.ijfatigue.2016.05.018.
- [277] N. Otsu, A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms, *IEEE Trans. Syst. Man. Cybern.* 9 (1979) 62–66. doi:10.1109/TSMC.1979.4310076.
- [278] D. Legland, I. Arganda-Carreras, P. Andrey, MorphoLibJ: integrated library and plugins for mathematical morphology with ImageJ, *Bioinformatics.* (2016) 3532–3534. doi:10.1093/bioinformatics/btw413.
- [279] T. De Terris, Fabrication additive par fusion laser sélective (SLM) d’un superalliage base nickel : relations procédé, microstructures, propriétés mécaniques., *École Nationale Supérieure des Arts et Métiers*, 2019.
- [280] F. Abroug, E. Pessard, G. Germain, F. Morel, HCF of AA7050 alloy containing surface defects: Study of the statistical size effect, *Int. J. Fatigue.* 110 (2018) 81–94. doi:10.1016/j.ijfatigue.2018.01.012.
- [281] C. Bathias, P.C. Paris, Z. Huang, Subsurface crack initiation and propagation mechanisms in gigacycle fatigue, 58 (2010) 6046–6054. doi:10.1016/j.actamat.2010.07.022.
- [282] T. Sakai, H. Harada, N. Oguma, Crack Initiation Mechanism of Bearing Steel in High Cycle Fatigue, in: *Fract. Nano Eng. Mater. Struct.*, Springer Netherlands, Dordrecht, 2008: pp. 1129–1130. doi:10.1007/1-4020-4972-2_560.
- [283] K. TANAKA, Y. AKINIWA, Fatigue crack propagation behaviour derived from S-N data in very high cycle regime, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 25 (2002) 775–784. doi:10.1046/j.1460-2695.2002.00547.x.
- [284] S. Stanzl-Tschegg, B. Schönbauer, Near-threshold fatigue crack propagation and internal cracks in steel, *Procedia Eng.* 2 (2010) 1547–1555. doi:10.1016/j.proeng.2010.03.167.
- [285] K. TANAKA, Y. AKINIWA, Fatigue crack propagation behaviour derived from S-N data in very high cycle regime, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 25 (2002) 775–784. doi:10.1046/j.1460-2695.2002.00547.x.
- [286] S. Stanzl-Tschegg, B. Schönbauer, Near-threshold fatigue crack propagation and internal cracks in steel, *Procedia Eng.* 2 (2010) 1547–1555. doi:10.1016/j.proeng.2010.03.167.
- [287] W. R.J.H, Fractography of Fatigue Crack Propagation in 2024-T3 and 7075-T6 Aluminum Alloys in Air and Vacuum, *Metall. Trans. A.* 6 (1975) 1587–1596. doi:10.1007/BF02641972.
- [288] N. Grindberg, The effect of vacuum on fatigue crack growth, *Int. J. Fatigue.* (1982) 83–95. doi:https://doi.org/10.1016/0142-1123(82)90064-0.
- [289] A.J. McEvily, J.L. Gonzalez Velazquez, Fatigue crack tip deformation, *Metall. Trans. A.* 23 (1992) 2211–2221. doi:10.1007/BF02646014.
- [290] D. Duquette, M. Gell, The effect of environment on the mechanism of stage 1 fatigue fracture, *Metall. Trans. Vol.2(5)* (1971) Pp.1325-1331.
- [291] T. Kanazaki, C. Narazaki, Y. Mine, S. Matsuoka, Y. Murakami, Effects of hydrogen on fatigue crack growth behavior of austenitic stainless steels, *Int. J. Hydrogen Energy.* 33 (2008) 2604–2619. doi:10.1016/j.ijhydene.2008.02.067.

- [292] A.J. Mcevely, H. Matsunaga, On Fatigue Striations, *Sci. Iran.* 17 (2010). doi:[https://doi.org/10.1016/0956-7151\(91\)90142-N](https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90142-N).
- [293] H.J. Roven, E. Nes, Deformation of Ferritic Steel - Stage II crack propagation, *Acta Metall. Mater.* 39 (1991). doi:[doi.org/10.1016/0956-7151\(91\)90142-N](https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90142-N).
- [294] F. Ellyin, B. Li, Crack initiation and fatigue lives in air and vacuum environments, *Mater. Sci. Eng. A.* 171 (1993) 105–113. doi:[10.1016/0921-5093\(93\)90397-W](https://doi.org/10.1016/0921-5093(93)90397-W).
- [295] O.O. Salman, F. Brenne, T. Niendorf, J. Eckert, K.G. Prashanth, T. He, S. Scudino, Impact of the scanning strategy on the mechanical behavior of 316L steel synthesized by selective laser melting, *J. Manuf. Process.* 45 (2019) 255–261. doi:[10.1016/j.jmapro.2019.07.010](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.07.010).
- [296] F. Morel, N. Huyen, Plasticity and damage heterogeneity in fatigue, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 49 (2008) 98–127. doi:[10.1016/j.tafmec.2007.10.006](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2007.10.006).
- [297] E.R. De Los Rios, Z. Tang, K.J. Miller, Short Crack Fatigue Behaviour in a Medium Carbon Steel, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 7 (1984) 97–108. doi:[10.1111/j.1460-2695.1984.tb00408.x](https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.1984.tb00408.x).
- [298] E.R. De Los Rios, H.J. Mohamed, K.J. Miller, a Micro-Mechanics Analysis for Short Fatigue Crack Growth, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* 8 (1985) 49–63. doi:[10.1111/j.1460-2695.1985.tb00419.x](https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.1985.tb00419.x).
- [299] G. Bertolino, V. Doquet, M. Sauzay, Modelling of the scatter in short fatigue cracks growth kinetics in relation with the polycrystalline microstructure, *Int. J. Fatigue.* 27 (2005) 471–480. doi:[10.1016/j.ijfatigue.2004.11.001](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2004.11.001).

V : ANNEXES

V.1. Définition des acronymes

| | |
|------------|---|
| AFH | <i>Additive Factory Hub</i> |
| CAO | Conception Assistée par Ordinateur |
| CFC | <i>Cubique Face Centrée</i> |
| CS | <i>Cold Spray</i> |
| DMD | <i>Direct Metal Deposition</i> |
| DMLS | <i>Direct Metal Laser Sintering</i> |
| EBM | <i>Electronic Beam Melting</i> |
| EBSD | <i>Electronic BackScattered Diffraction</i> |
| EDS | <i>Energy Dispersive X-ray Spectroscopy</i> |
| FA | Fabrication Additive |
| FDM | <i>Fused Deposition Modelling</i> |
| GND | <i>Geometrically Necessary Dislocations</i> |
| HIP | <i>Hot Isostatic Pressing</i> |
| LED | <i>Linear Energy density (J.m⁻¹)</i> |
| LEFM | <i>Linear Elastic Fracture Mechanics</i> |
| LMD | <i>Laser Metal Deposition</i> |
| MEB | Microscope Électronique à Balayage |
| MET/METB | Microscope Électronique en Transmission / à Balayage |
| SD, TD, BD | <i>Scanning Direction, Tangential direction, Building Direction</i> |
| SLM | <i>Selective Laser Melting</i> |
| SLS | <i>Selective Laser Sintering</i> |
| SSD | <i>Statistically Stored Dislocations</i> |
| TTH | Traitements THermiques |
| UAS | <i>Ultrasonic Additive Manufacturing</i> |
| VED/VED' | <i>Volumetric Energy density (Hann [53] / Vandenbroucke [84]) (J.mm⁻³)</i> |
| WAAM | <i>Wire Arc Additive Manufacturing</i> |

V.2. Démonstrations analytiques

V.2.1. Hauteur de poudre réelle

Lors de la fabrication SLM, la hauteur de couche de poudre évolue rapidement pendant les 10 premières couches, et finit par atteindre une hauteur stationnaire. Cette observation résulte de la faible compacité du lit de poudre, environ deux fois inférieure à celle des cordons fondus.

Soit e l'épaisseur de couche définie par l'utilisateur, n le numéro de la couche en question, et C la compacité de la poudre, telle que :

$$C = \frac{\rho_{poudre}}{\rho_{solide}} \quad \text{Eq. V-1}$$

Avec ρ_{poudre} et ρ_{solide} (kg.m^{-3}) les densités de la poudre et du métal solide respectivement.

Soit U_n l'épaisseur de couche de poudre numéro n .

On a, pour la première couche à $n=0$, $U_0 = e$

Une fois le matériau fondu, la différence de compacité fait descendre le sommet des cordons d'une épaisseur $(1 - C) * e = (1 - C) U_0$ par rapport à la poudre. Lors de la couche suivante, le plateau redescend d'une hauteur e .

On a donc $U_1 = e + (1 - C)U_0 = e(2 - C)$

On pose $U_{n+1} = e + (1 - C)U_n$ et $V_n = U_n - \frac{e}{C}$

$$\begin{aligned} \text{On a donc } V_{n+1} &= U_{n+1} - \frac{e}{C} = e + (1 - C)U_n - \frac{e}{C} \\ &= (1 - C)U_n + \frac{e}{C}(C - 1) \\ &= (1 - C)\left(U_n - \frac{e}{C}\right) \\ &= (1 - C)V_n \end{aligned}$$

Or on a $V_0 = -\frac{e}{C}(1 - C)$, donc $V_1 = -\frac{e}{C}(1 - C)^2$

Par récurrence on peut montrer que $V_n = -\frac{e}{C}(1 - C)^{n+1}$

Or $U_n = V_n + \frac{e}{C}$

On obtient donc :

$$U_n = \frac{e}{C} * (1 - (1 - C)^{n+1})$$

On peut remarquer que la vitesse de convergence vers $\frac{e}{C}$ de cette suite arithmético-géométrique dépend de la valeur de C . Plus C est proche de 1, plus la suite converge rapidement, vers des valeurs proches de e (Figure V-1).

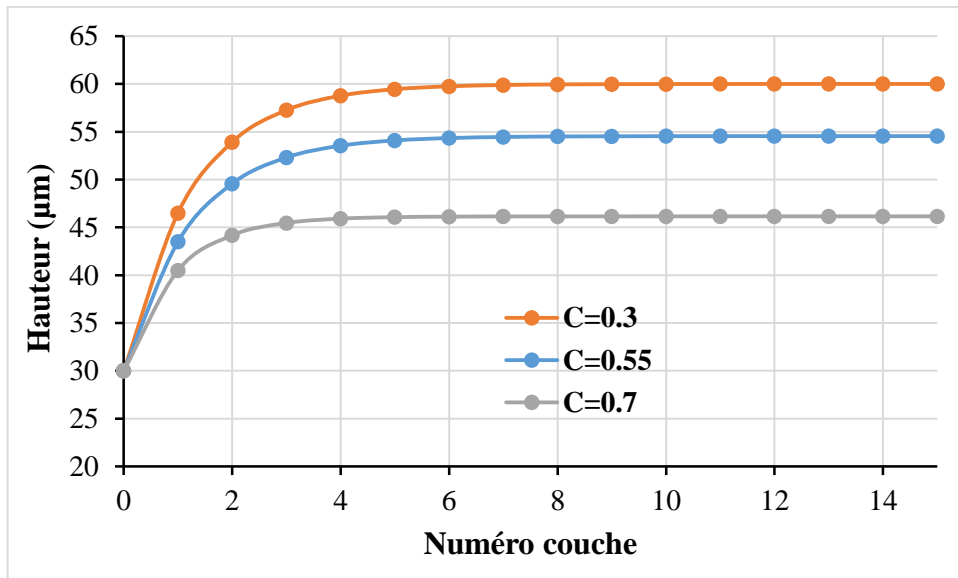


Figure V-1: Évolution de l'épaisseur de couche avec le numéro de couche pour divers niveaux de compacité. $e=30$

V.2.2. Critère de Tang et Pistorius [89]

Ce critère fonctionne principalement pour un régime conductif, lorsqu'il est raisonnable d'approximer la forme d'un cordon SLM à une superposition de deux demi-ellipses.

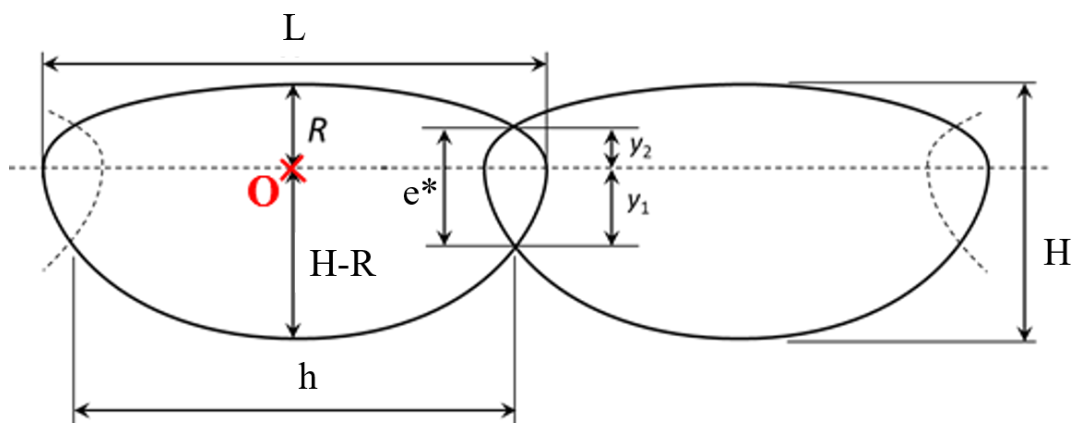


Figure V-2: Schématisation de deux cordons de soudure

On considère Figure V-2 que toutes les grandeurs suivantes sont connues:

- L =largeur de cordon
- R =hauteur de cordon

- H-R=profondeur de cordon (D= hauteur totale)
- h l'écart vecteur
- e la hauteur de couche de poudre définie par l'utilisateur

On cherche une condition pour laquelle la longueur e^* qui correspond à la superposition verticale de deux cordons successifs, est supérieure à la hauteur de couche, ce qui correspondrait à refondre verticalement toute la hauteur de la couche. On a $e^* = y_1 + y_2$. On considère une origine O de coordonnées cartésiennes (0,0) comme illustré Figure V-2.

D'après l'équation cartésienne générale de l'ellipse, on a :

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b^2} = 1$$

Avec a et b les valeurs du demi grand axe et demi petit axe respectivement.

Pour la demie ellipse de demi petit axe R et de demi grand axe $L/2$, on sait que la valeur de y_2 est la coordonnée y de l'ellipse lorsque x prend la valeur de $h/2$.

On a donc :

$$\left(\frac{y_2}{R}\right)^2 = 1 - \left(\frac{h/2}{L/2}\right)^2 = 1 - \left(\frac{h}{L}\right)^2$$

Ce qui permet d'obtenir :

$$y_2 = R \sqrt{1 - \left(\frac{h}{L}\right)^2}$$

De même, pour l'ellipse inférieure, de demi-petit axe $(H - R)$ et de demi grand axe $L/2$, on montre que :

$$y_1 = (h - R) \sqrt{1 - \left(\frac{h}{L}\right)^2}$$

$$\text{On trouve donc } e^* = y_1 + y_2 = H \sqrt{1 - \left(\frac{h}{L}\right)^2}$$

Ce qui montre que la hauteur de recouvrement de deux cordons identiques successifs de même forme et dimensions est indépendante des valeurs individuelles de leur hauteur et profondeur.

Le critère de refonte complète impose que la hauteur de couche e soit inférieure à la hauteur e^* .

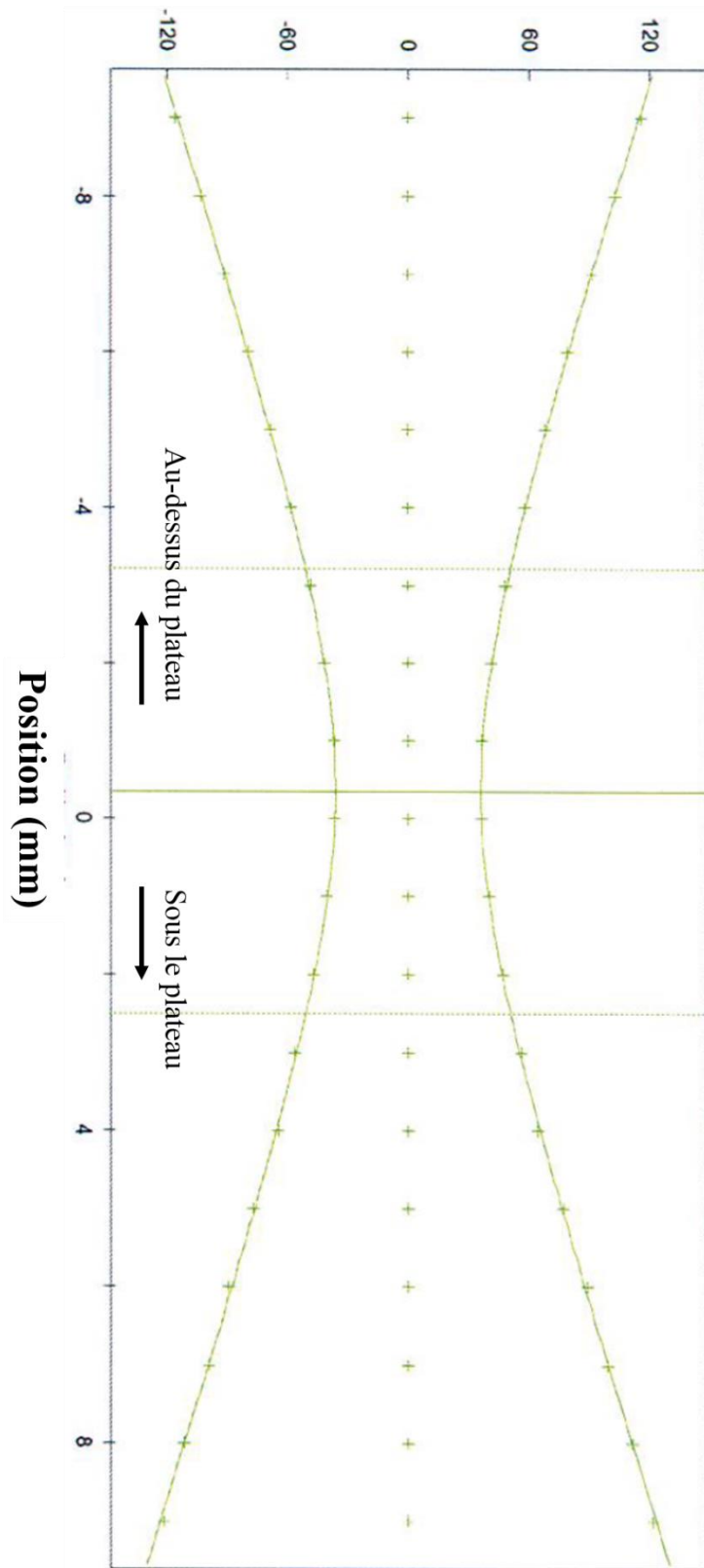
$$\text{On doit donc avoir : } e \leq H \sqrt{1 - \left(\frac{h}{L}\right)^2} \Leftrightarrow \left(\frac{e}{H}\right)^2 \leq 1 - \left(\frac{h}{L}\right)^2$$

On trouve alors le critère suivant :

$$\boxed{\left(\frac{e}{H}\right)^2 + \left(\frac{h}{L}\right)^2 \leq 1}$$

V.3. Caustique du laser

Largeur de faisceau



V.4. Tomographe rayons X du CEA Digiteo

Le tomographe rayons X utilisé pour observer tous les échantillons est constitué une source Viscom XT9225 D possédant une tension d'accélération maximale de 225 kV avec une puissance maximale de 320 W. Le détecteur Perkin Elmer XRD comprend un scintillateur CsI pour amplifier le signal, et possède une résolution spatiale de 200 μm pour des dimensions de 1024*1024 pixels. La source et le détecteur sont montés sur des bras 5 axes Kuka. Ceux-ci permettent, dans le cas de pièces de grandes dimensions, de tourner autour de la pièce sur une plage angulaire importante, au lieu de faire tourner la pièce elle-même. Pour les pièces de faibles dimensions, une platine tournante peut être utilisée, avec un pas angulaire réglable. La fréquence de rotation peut être calée sur le temps d'exposition de chaque cliché, pour obtenir des projections à des durées d'acquisition variables.

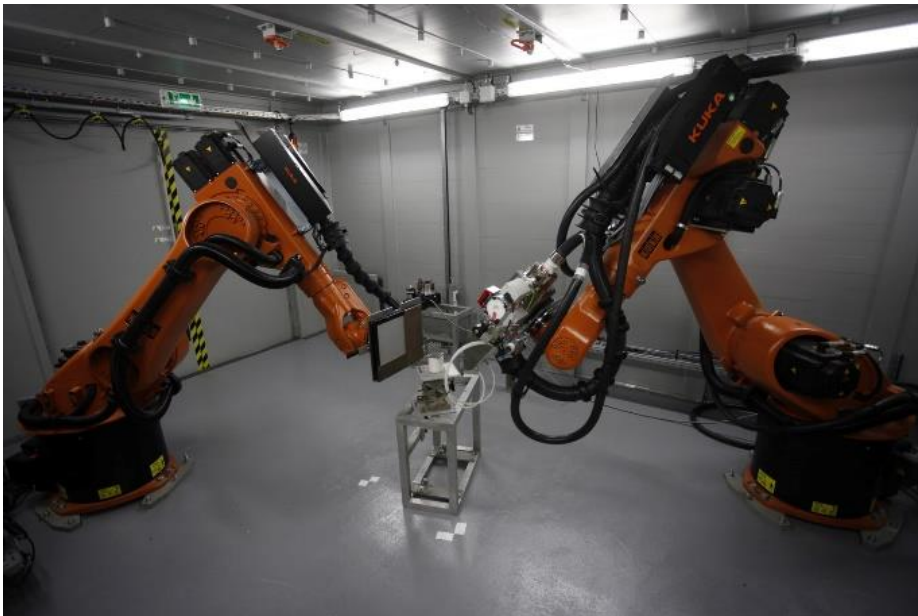


Figure V-3: Tomographe Rayons X avec la source (à droite) et le détecteur (à gauche) montés sur des bras Kuka

V.5. Caractérisation mécanique des pièces

L'intégralité des essais mécaniques ont été réalisés à l'air, à température ambiante.

V.5.1. Machine de traction

Les essais de traction sur éprouvettes plates ont été réalisés sur une machine électromécanique Instron 5881 (Figure V-4 a)) munie d'une cellule de charge de 30 kN, offrant une erreur de mesure maximale sur la force mesurée de 0.25%. Des mors plats autoserrants ont permis de fixer les éprouvettes. Un extensomètre mécanique Instron de jauge de longueur 10 mm et de déformation maximale 50% a été utilisé pour les 5 premiers millimètres de déformation de chaque essai.

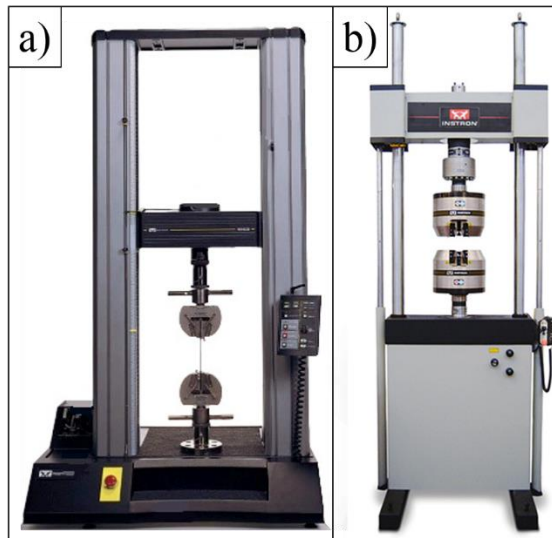


Figure V-4: a) Instron 5881 (Laboratoire PIMM) b) Instron 8500 (Laboratoire I2M)

V.5.2. Machine hydraulique

Les essais d'érouissage cyclique ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique Instron 8500 (Figure V-4 b)) munie d'une cellule de charge de 50 kN offrant une erreur de mesure maximale sur la force mesurée de 0.25 %. Les échantillons ont été sollicités en déformation totale imposée (entre 0.6 et 1.4%), avec un rapport de charge $R=-1$, à une fréquence de 0.1 Hz. Un extensomètre Instron de jauge de longueur 12.5 mm et de déformation maximale 20% a été utilisé.

V.5.3. Vibrophore du LAMPA

Les essais de fatigue sur éprouvettes cylindriques à base carrée ont été réalisés sur un Vibrophore Rumul Testronic (Figure V-5 a) et b)). Dans le cadre des essais, la machine était équipée d'une cellule de charge de ± 10 kN adaptée aux dimensions des éprouvettes testées, et d'un système de fixation usiné sur mesure. Aucun glissement ou échauffement des éprouvettes n'a été observé pendant les essais. Ce vibrophore peut fonctionner dans une gamme de 40 à 260 Hz en fonction du type de montage et de la masse de l'échantillon testé.

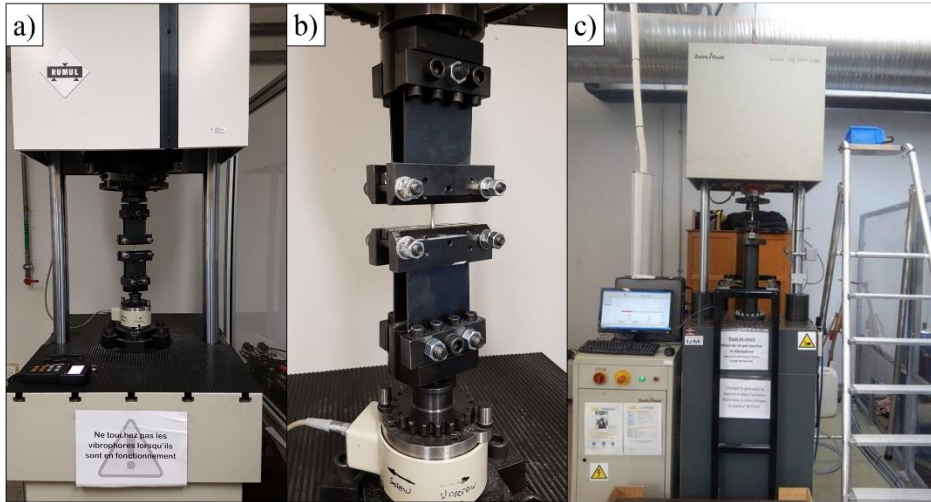


Figure V-5: a) Rumul Testronic (Laboratoire LAMPA) b) Zoom sur le montage des mors pour le maintien de l'éprouvette c) ZWICK HFP 150 (Laboratoire I2M)

V.5.4. Vibrophore de l'I2M

Les essais de fatigue réalisés sur éprouvettes cylindriques (chapitre IV) ont été réalisés sur un Vibrophore Zwick HFP150 (Figure V-5 c)), munie d'une cellule de 150 kN avec une erreur maximale de 0.5% sur les mesures. Les éprouvettes ont été fixées via un système douille/enclume. La gamme de fréquence, comprise entre 35 et 300 Hz, dépend de la rigidité de l'éprouvette et du nombre de masses ajoutées (pour faire baisser la fréquence) dans un système « masses-ressort », l'éprouvette étant le ressort. Aucun échauffement supérieur à 32°C n'a été constaté pendant la sollicitation des éprouvettes, mis à part dans la courte phase de rupture finale avec fortes déformations plastiques.

V.6. Microscopie optique

V.6.1. Microscope optique

L'acquisition de clichés pour l'analyse de la porosité ou l'observation de sections polies a été réalisée à l'aide d'un microscope optique Zeiss Imager M2m, équipé d'une caméra Icc5 et de différents objectifs permettant d'acquérir des images de 2452*2056 pixels, à un grossissement compris entre x 25 et x 500.

| Grossissement | X500 | X200 | X100 | X50 | X25 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|
| Résolution ($\mu\text{m}\cdot\text{pixel}^{-1}$) | 0.138 | 0.345 | 0.689 | 1.378 | 2.757 |

Tableau V-1: Grossissements disponibles et résolutions associées



Figure V-6: Zeiss Axio Imager M2m

V.6.2. Évolution de la porosité moyenne en fonction du nombre de clichés

La porosité mesurée pour une surface correspondant de 1 à plus de 60 clichés est tracée Figure V-7 pour des échantillons de l'étude présentée en II.3.2. On constate une convergence rapide de la moyenne au bout d'une trentaine de clichés. Une fois cette valeur atteinte, la variabilité du taux de porosité n'excède pas 3% de la valeur moyenne entre deux images successives. Le nombre de clichés apparaît donc suffisant pour obtenir des mesures quantitatives.

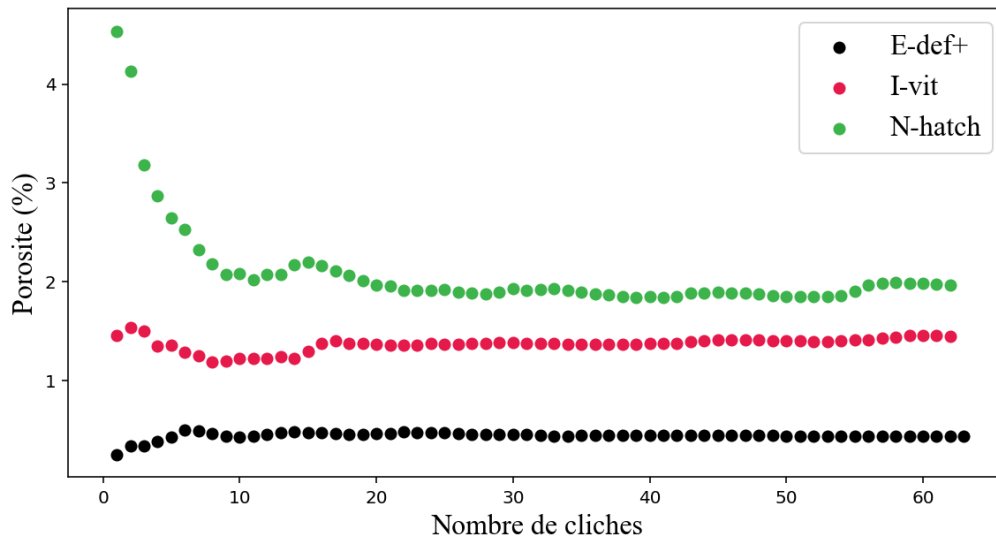


Figure V-7: Évolution du taux de porosité moyen avec le nombre de clichés, grossissement $\times 100$.

V.7. Microscopie électronique

V.7.1. Zeiss EVO MA10

Le MEB utilisé pour observer les faciès de rupture des éprouvettes est un Zeiss EVO MA10 (Figure V-8 a)) muni d'un détecteur d'électrons secondaires et d'un capteur EDS permettant des analyses de composition chimique. La tension d'observation des échantillons est de 15 kV.

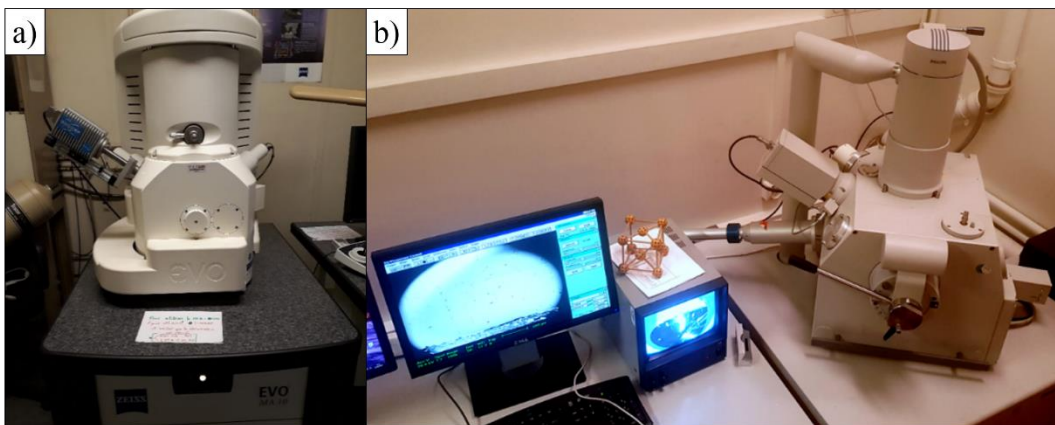


Figure V-8: a) Microscope Zeiss EVO MA 10 b) Microscope Philips XL 40

V.7.2. Philips XL 40 et logiciels d'acquisition EBSD

L'analyse microstructurale a été réalisée sur un MEB Philips XL 40 (Figure V-8 b)), opérant à haut niveau de vide ($P < 10^{-5}$ Pa), avec un filament tungstène réglé à 25 kV et 60 μ A. Les cartographies EBSD ont été acquises à l'aide d'une caméra NORDIF UF-1000 EBSD de 4^{ème} génération. L'acquisition l'indexation, et le post-traitement des données EBSD ont été effectués en utilisant les logiciels NORDIF, OIM DC (*Data Collection*) et TSM OIM Analysis v7 respectivement.

V.8. Résultats des essais de fatigue

V.8.1. Santé matière optimisée – chapitre III

| Nom | Diamètre (mm) | Palier fatigue départ (MPa) | Palier fatigue fin (MPa) | Nombre de paliers | Nombre de cycles ($\times 10^5$) | $\sqrt{\text{Aire de défaut}} (\mu\text{m})$ | Limite estimée à 10^6 cycles (MPa) |
|------|---------------|-----------------------------|--------------------------|-------------------|------------------------------------|--|--------------------------------------|
| SI-1 | 3,45 | 320 | 320 | 1 | 8,577 | 137 | 317 |
| SI-2 | 3,47 | 400 | 580 | 10 | 4,4351 | / ¹ | 569 |
| SI-3 | 3,48 | 400 | 460 | 4 | 8,5946 | 22,78 | 457 |
| SI-4 | 3,47 | 400 | 560 | 9 | 5,8933 | / ¹ | 552 |
| SI-5 | 3,47 | 300 | 600 | 16 | 2,9868 | / ¹ | 586 |
| SI-6 | 3,46 | 400 | 580 | 10 | 3,4996 | / ¹ | 567 |
| SI-7 | 3,47 | 400 | 580 | 10 | 2,6065 | / ¹ | 565 |

¹ : Amorçage dans la microstructure, la taille de « défaut » considérée a été choisie arbitrairement à 0.5 μm .

V.8.2. Population stochastique de défauts - chapitre III

| Nom | Diamètre (mm) | Dernier palier (MPa) | Nombre de paliers | Nombre de cycles ($\times 10^5$) | Distance milieu-plan rompu (mm) | $\sqrt{\text{Aire défaut}} (\mu\text{m})$ | Porosité couche max (%) | Porosité couche moyenne (%) | Kt (analyse EF) ¹ |
|----------|--------------------|----------------------|-------------------|------------------------------------|---------------------------------|---|-------------------------|-----------------------------|------------------------------|
| V800-1 | 3,258 | 320 | 1 | 9,12 | -4 ² | 109 | 0.44 | 0.02 ±0.02 | 0,971 |
| V800-2 | 3,301 | 340 | 2 | 4,51 | -5 ² | 61 | 0.09 | 0.01±0.01 | 0,898 |
| V800-3 | 3,26 | 340 | 2 | 0,67 | -2,5 | 86 | 0.10 | 0.03±0.02 | 1,0083 |
| V800-4 | 3,324 | 360 | 2 | 1,69 | -2 | 81 | 0.43 | 0.04±0.04 | 0,999 |
| V800-5 | 3,334 | 340 | 2 | 9,04 | 0 | 75 | 0.10 | 0.02±0.02 | 1 |
| V800-6 | 3,25 | 340 | 2 | 9,35 | 2 | 61 | 0.14 | 0.01±0.01 | 0,999 |
| V800-7 | 3,291 | 400 | 5 | 8,27 | -4 ² | 70 | 0.29 | 0.04±0.04 | 0,971 |
| V800-8 | 3,24 | 380 | 4 | 2,74 | -3 ² | 55 | 0.07 | 0.01±0.01 | 1,011 |
| V800-9 | 3 ³ | 340 | 2 | 7,3 | -1 | 42 | 0.14 | 0.01±0.01 | 0,9995 |
| V800-10 | 2,99 ³ | 360 | 3 | 9,79 | -1 | 49 | 0.18 | 0.03±0.03 | 0,9995 |
| V1000-1 | 3,24 | 360 | 3 | 4,75 | -2,5 | 71 | 1.45 | 0.7±0.3 | 1,008 |
| V1000-2 | 3,24 | 360 | 3 | 2,43 | -3 | 68 | 2.02 | 0.9±0.3 | 1,011 |
| V1000-3 | 3,26 | 320 | 1 | 7,12 | 1 | 66 | 1.54 | 0.8±0.3 | 0,9995 |
| V1000-4 | 3,344 | 360 | 4 | 6,62 | 4 ² | 58 | 1.62 | 0.9±0.3 | 0,971 |
| V1000-5 | 3,25 | 320 | 1 | 8 | -0,5 | 59 | 1.82 | 0.8±0.3 | 0,9998 |
| V1000-6 | 3,317 | 330 | 1 | 9,77 | 2,5 | 59 | 1.13 | 0.6±0.2 | 1,0083 |
| V1000-7 | 3,315 | 540 | 12 | 6,49 | -7 ² | 56 | 0.82 | 0.5±0.2 | 0,6957 |
| V1000-8 | 2,99 ³ | 320 | 1 | 7,88 | 0 | 78 | 1.29 | 0.7±0.2 | 1 |
| V1000-9 | 2,984 ³ | 300 | 1 | 7,02 | 2 | 85 | 1.24 | 0.6±0.2 | 0,999 |
| V1000-10 | 2,996 ³ | 300 | 2 | 7,69 | -1 | 87 | 1.17 | 0.6±0.2 | 0,9995 |
| V1100-1 | 3,322 | 320 | 2 | 6,16 | 3,5 ² | 64 | 4.56 | 2.5±0.9 | 0,997 |
| V1100-2 | 3,337 | 480 | 10 | 4,84 | 7,7 ² | 69 | 2.92 | 1.8±0.6 | 0,621 |
| V1100-3 | 3,25 | 360 | 4 | 7,85 | 2,75 ² | 48 | 2.54 | 1.4±0.4 | 1,0138 |
| V1100-4 | 3,24 | 320 | 2 | 3,12 | 2 | NA ⁴ | 10.06 | 2.7±1.3 | 0,999 |
| V1100-5 | 3,26 | 380 | 5 | 4,48 | 2 | 385 ⁵ | 7.36 | 1.9±0.8 | 0,999 |
| V1100-6 | 3,325 | 300 | 1 | 8,4 | 3,5 ² | NA ⁴ | 15.27 | 4.6±2.4 | 0,997 |
| V1100-7 | 3,336 | 380 | 5 | 4,88 | 4,5 ² | 59 | 3.11 | 1.8±0.5 | 0,96508 |
| V1100-8 | 3,285 | 360 | 4 | 7,97 | 3 ² | 49 | 4.11 | 2.1±0.7 | 1,0111 |
| V1100-9 | 3,266 | 360 | 4 | 2,08 | 3 ² | 58 | 3.7 | 2.4±0.7 | 1,0111 |
| V1100-10 | 3,314 | 440 | 8 | 1,64 | 4 ² | 45 | 3.88 | 2.6±0.7 | 0,97 |

¹ : La limite d'endurance finale utilisée au chapitre III s'obtient en appliquant la formule de Nicholas Eq. III-11 sur la contrainte au dernier palier, et en multipliant le résultat par le Kt.

² : Rupture en dehors de la zone utile

³ : Échantillon repoli

⁴ : Rupture par délamination : pas de défaut mesuré post mortem

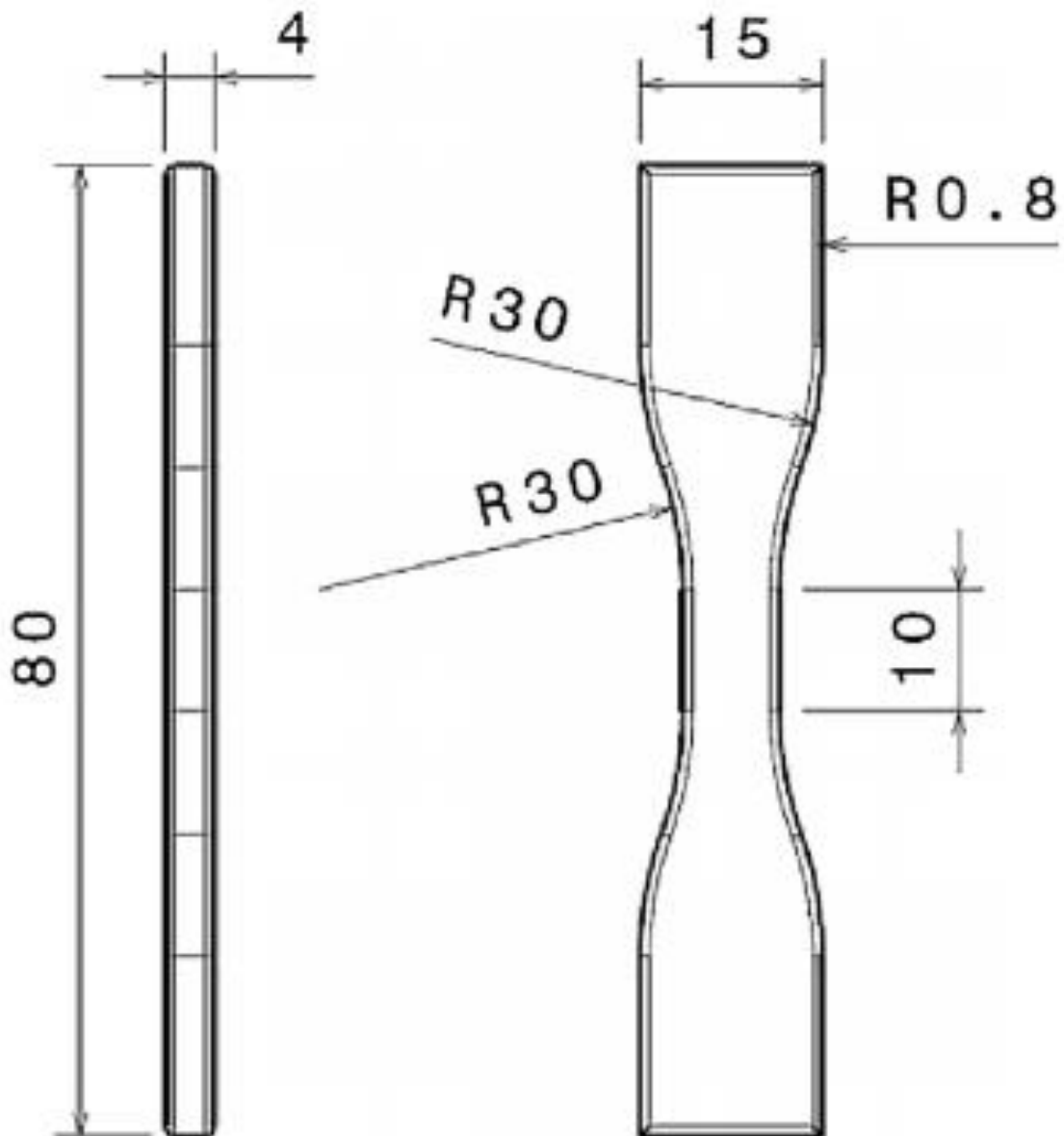
⁵ : Défaut interne

V.8.3. Défauts déterministes – chapitre IV

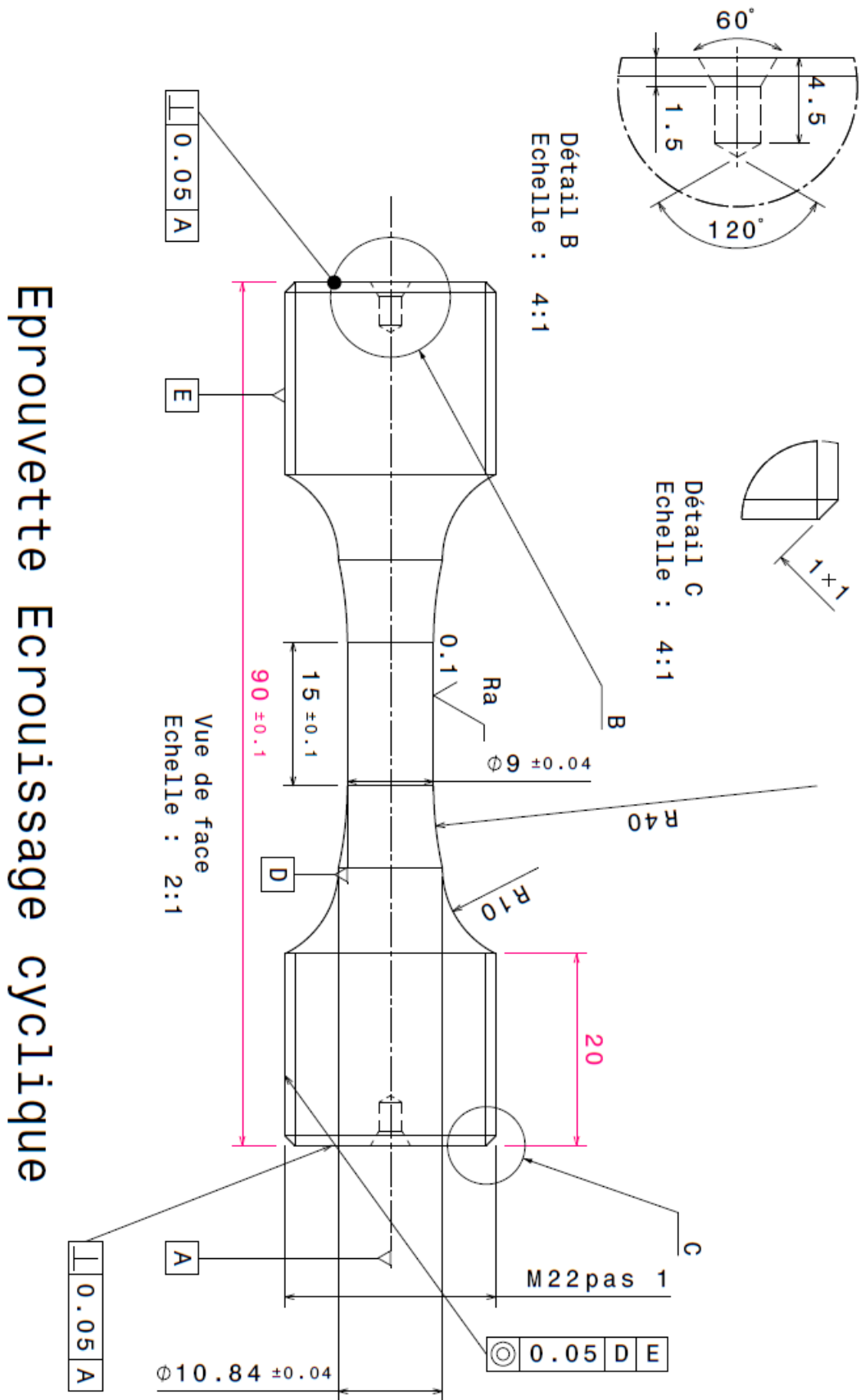
| Éprouvette | Palier de départ (MPa) | Nombre de paliers | Cycles | $\sqrt{\text{Aire défaut}} (\mu\text{m})$ | Contrainte max (MPa) | Défaut à l'amorçage | Défaut initial |
|------------|------------------------|-------------------|--------|---|----------------------|---------------------|----------------|
| OP1 | 480 | 2 | 708022 | 26,6 | 494 | Inclusion surface | Non |
| OP2 | 340 | 8 | 230540 | 34,7 | 465 | Inclusion surface | Non |
| OP3 | 340 | 6 | 1334 | 45,9 | 420 | Défaut surface | Non |
| OP4 | 340 | 11 | 411102 | 16,3 | 528 | Inclusion surface | Non |
| OP5 | 340 | 9 | 862326 | X | 497 | Non observable | Non |
| OP6 | 340 | 10 | 366311 | 41,5 | 507 | Inclusion surface | Non |
| PP1 | 280 | 7 | 554199 | 55,1 | 431 | Défaut surface | SLM |
| PP2 | 400 | 8 (100k) | 75718 | 24,5 | 553 | Inclusion surface | SLM |
| PP3 | 380 | 8 | 546310 | 31,2 | 511 | Inclusion surface | SLM |
| MP1 | 300 | 9 | 166488 | 395,7 | 443 | Défaut déterministe | SLM |
| MP2 | 300 | 10 | 384862 | 387,6 | 468 | Défaut déterministe | SLM |
| MP3 | 300 | 8 | 690509 | 386,7 | 434 | Défaut déterministe | SLM |
| GP1 | 380 | 1 | 397843 | 831,8 | | Défaut déterministe | SLM |
| GP2 | 280 | 3 | 506791 | 787,3 | 310 | Défaut déterministe | SLM |
| GP3 | 280 | 4 | 209660 | 819,1 | 324 | Défaut déterministe | SLM |
| GP4 | 280 | 3 | 437254 | 794,8 | 309 | Défaut déterministe | SLM |
| R-MP1 | 340 | 6 | 554309 | 424,5 | 431 | Défaut déterministe | SLM |
| R-MP2 | 300 | 7 | 470696 | 425,9 | 409 | Défaut déterministe | SLM |
| R-MP3 | 300 | 8 | 1 | 398,8 | 420 | Défaut déterministe | SLM |
| D-MP1 | 340 | 5 | 674759 | 402,9 | 413 | Défaut déterministe | SLM |
| D-MP2 | 340 | 6 | 567049 | 432,0 | 431 | Défaut déterministe | SLM |
| D-MP3 | 300 | 8 | 428000 | 407,6 | 429 | Défaut déterministe | SLM |
| M-MP1 | 340 | 5 | 905382 | 440,6 | 418 | Défaut déterministe | SLM |
| M-MP2 | 340 | 7 | 264491 | 438,6 | 445 | Défaut déterministe | SLM |
| M-MP3 | 300 | 7 | 832747 | 432,5 | 417 | Défaut déterministe | SLM |
| DU1 | 340 | 11 | 788959 | 10,9 | 536 | Inclusion surface | Usiné |
| DU2 | 340 | 10 | 232572 | 376,0 | 505 | Défaut usiné | Usiné |

V.9. Plans d'éprouvettes mécaniques

V.9.1. Éprouvettes de traction

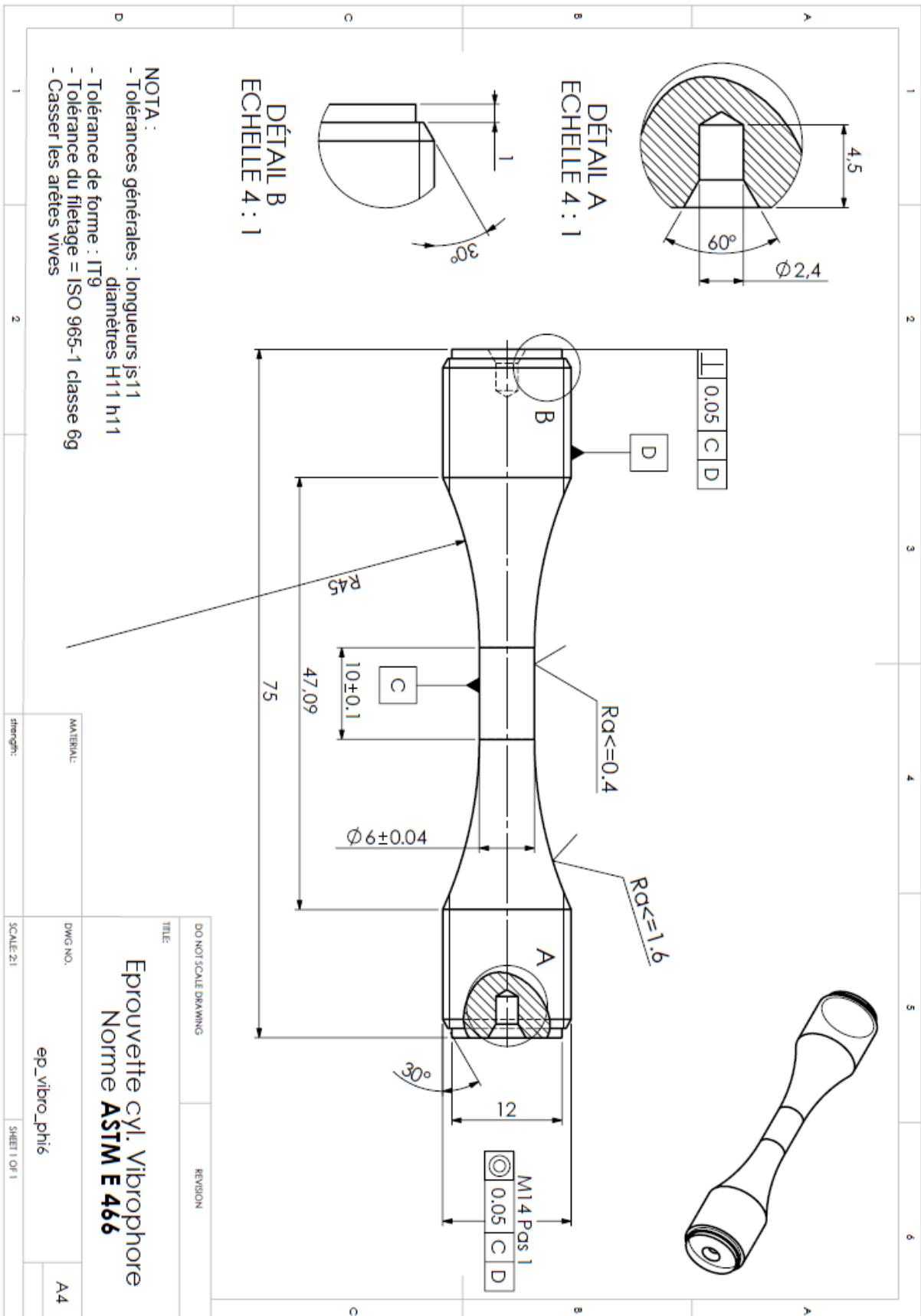


V.9.2. Éprouvettes d'érouissage cyclique



Eprouvette Ecrouissage cyclique

V.9.3. Éprouvettes de fatigue cylindriques



V.10. Fabrication d'un pore aligné sur une couche et aligné à mi-couche

Du fait de l'effet escalier par la discrétisation par couches de la fabrication, le positionnement d'un objet au niveau des couches calculées peut affecter le volume rendu. Cet effet est particulièrement important pour des pores (ou volumes) réduits comprenant des courbures importantes ou des angles faibles par rapport au plateau de fabrication. Du fait du caractère ponctuel du calcul des trajectoires laser, un même pore placé à une hauteur $\pm 1/2$ couche peut grandement affecter le rendu (voir Figure V-9 a) et b)). Cet effet tend à s'estomper quand la taille de l'objet devient grande devant celle de la couche.

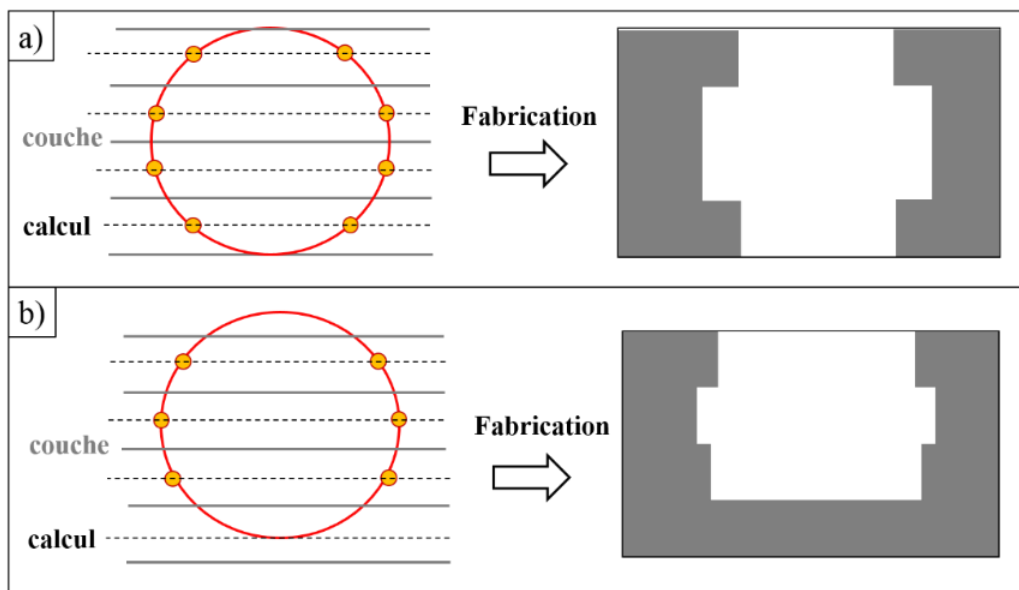


Figure V-9: Placement d'un pore, calcul des trajectoires à mi-couche et résultat après fabrication pour a) Un pore aligné sur les couches b) Un pore à mi-couche.

V.11. Paramètres optimisés et paramètres constructeur

Les paramètres chronologiques de lasage constructeur sont Tableau V-2.

| Ordre | Type | Groupe |
|-------|-----------------------|-------------------------|
| 1 | Contour | Supportage ¹ |
| 2 | Remplissage | Supportage ¹ |
| 3 | Contour | Volume |
| 4 | Contour de transition | Volume |
| 5 | Contour de transition | <i>Downskin</i> |
| 6 | Contour | <i>Downskin</i> |
| 7 | Remplissage | <i>Downskin</i> |
| 8 | Remplissage | <i>Volume</i> |
| 9 | Remplissage | <i>Upskin</i> |
| 10 | Remplissage | <i>Upskin</i> |

Tableau V-2: Chronologie du lasage avec le paramétrage constructeur

Les principaux paramètres dédiés au remplissage, au contour de transition et au contour sont disponibles Tableau V-3, Tableau V-4 et Tableau V-5 respectivement. Les cases de même couleur sur une même ligne ou entre les tableaux, dans des catégories type et groupe de lasage différents, indiquent que le paramètre ne peut pas être réglé indépendamment dans chaque cas et que la valeur s'applique partout.

| REPLISSAGE | <i>Upskin</i> ² | | Volume | | <i>Downskin</i> | |
|--|----------------------------|----------|------------------------------|----------|-----------------------------|-----------------------------|
| | Constructeur | Optimisé | Constructeur | Optimisé | Constructeur | Optimisé |
| Écart vecteur (µm) | 180 | Aucun | 120 (anc. 100 ³) | 110 | 60 | 80 |
| Distance au contour le plus proche (µm) | 0 | | 0 | 10 | 60 | 60 |
| Condition d'application | Largeur zone >2,5 mm | | / | / | Angle <59° plan fabrication | Angle <59° plan fabrication |
| Puissance (W) | 300 | | 200 (anc. 175 ³) | 200 | 100 | 100 |
| Vitesse (mm.s⁻¹) | 400 | | 800 (anc. 750 ³) | 800 | 1000 | 1250 |

¹ : Set de paramètres utilisés pour générer les supports de pièce, généralement moins énergétiques que ceux utilisés pour fabriquer la pièce elle-même

² : Le paramétrage *upskin* constructeur « refonte » ne consiste qu'en une deuxième passe laser avec 1 set de paramètres effectués en remplissage. Il est cependant possible d'appliquer le mode *upskin* « nouveau passage » qui consiste à refaire passer le racleur sans descendre le plateau avant d'appliquer le *downskin*. Il est également possible de séparer le paramétrage *upskin* entre le contour, contour de transition et le remplissage, comme pour le *downskin*.

³ : Valeur de l'ancien paramètre constructeur proposé pendant les études d'optimisation paramétrique

| | | | | | | |
|------------------------------------|--------------|--|--------------------------------------|----------|--------------------------|---------------------------|
| Puissance (W) | 300 | | 200 (anc. 175 ³) | 200 | 100 | 100 |
| Vitesse (mm.s⁻¹) | 400 | | 800 (anc. 750 ³) | 800 | 1000 | 1250 |
| Défocalisation (mm) | -8 | | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Stratégie | Bandes 25 mm | | Bandes 10 mm | Méandres | Bandes 10 mm | Méandres unidirectionnels |
| Rotation/couche | 33 | | 33 | 33 | 33 | 33 |
| Angle de départ (°) | 5 | | 5 | 5 | 15 | 15 |
| Lim. Angulaire (°) | -45/+45 | | -45/+45 | -45/+45 | -45/+45 | -45/+45 |
| | | | Nombre de couches considérées | | 2 (anc. 3 ¹) | 5 |

Tableau V-3: Comparaison des paramètres de remplissage constructeur et optimisés pour la fabrication d'éprouvettes de fatigue contenant des défauts déterministes

| CONTOUR DE TRANSITION | Volume | | Downskin | |
|------------------------------------|-----------------------------------|-------------------|--------------------------|-------------------|
| | Constructeur | Opt. Param | Constructeur | Opt. Param |
| Distance au contour (µm) | 80 | Aucun | 60 | Aucun |
| Nombre | 1 | | 1 | |
| Angle d'application (°) | / | | 59 | |
| Puissance (W) | 125 | | 100 | |
| Vitesse (mm.s⁻¹) | 500 | | 680 | |
| Défocalisation (mm) | 0 | | 0 | |
| | Nombre couches considérées | | 2 (anc. 3 ¹) | |

Tableau V-4: Comparaison des paramètres de contour de transition constructeur et optimisés pour la fabrication d'éprouvettes de fatigue contenant des défauts déterministes

| CONTOUR | Volume | | Downskin | |
|---|-----------------------------------|-------------------|--------------------------|-------------------|
| | Constructeur | Opt. Param | Constructeur | Opt. Param |
| Nombre | 2 | 2 | 2 | 2 |
| Distance entre les contours (µm) | 90 | 90 | 90 | 90 |
| Offset au bord de pièce (µm) | 90 | 60 | 90 | 70 |
| Puissance (W) | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Vitesse (mm.s⁻¹) | 400 | 400 | 1250 | 1250 |
| Angle d'application | / | / | 59° | 59° |
| Défocalisation (mm) | 0 | 1 | 0 | 0 |
| | Nombre couches considérées | | 2 (anc. 3 ¹) | 5 |

Tableau V-5: Comparaison des paramètres de contour constructeur et optimisés pour la fabrication d'éprouvettes de fatigue contenant des défauts déterministes.

¹: Valeur de l'ancien paramètre constructeur proposé pendant les études d'optimisation paramétrique

V.12. Influence de la chronologie de fabrication

Deux séries d'échantillons ont été fabriqués à iso-paramètres mais en intervertissant l'ordre du contour et du remplissage. Des échantillons contenant 4 pores déterministes de rayon 450, 350, 250 et 150 μm ont été créés dans chaque condition : contour-remplissage ou remplissage-contour, le paramétrage constructeur utilisant normalement l'ordre contour-remplissage (voir Tableau V-2). Pour chaque échantillon, la valeur de l'effondrement en partie supérieure est mesurée. Dans le cas où le défaut n'a pas été observé après fabrication, la valeur de l'effondrement est considérée égale à la hauteur du défaut. L'effondrement dans les échantillons fabriqués avec la chronologie remplissage-contour est systématiquement plus important (Figure V-10 a) à c)). Aucun pore de rayon 150 μm n'a pu être observé après polissage. Dans les conditions énergétiques choisies, la stratégie remplissage-contour ne permet donc pas de fabriquer des pores de cette dimension

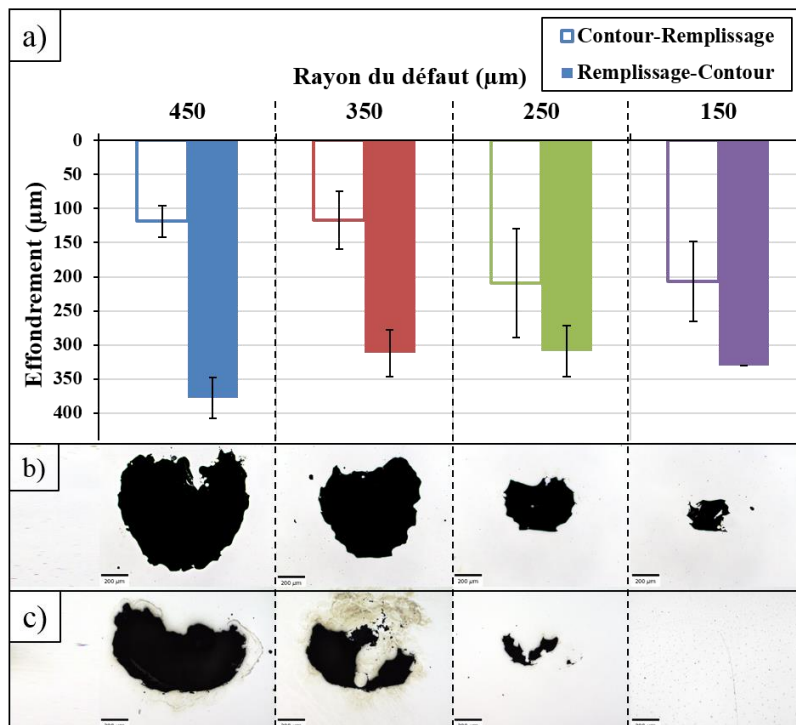


Figure V-10: a), b) Comparaison de pores déterministes pour les ordres de lasage contour-remplissage et remplissage contour respectivement. Valeurs moyennes et barres d'erreur obtenues pour 14 échantillons par condition minimum.

Plusieurs phénomènes peuvent jouer un rôle important dans l'effondrement supérieur constaté pour la stratégie remplissage-contour :

- L'étape de remplissage chauffe la pièce. Le lasage du contour induit alors des cordons plus larges et profonds, du fait de la température plus élevée. Le contour définissant les bordures des pores, des dimensions de cordons plus importantes tendent à refermer le pore

- Les cordons de remplissage ne sont plus bornés par le puits thermique réalisé par le contour. Les dimensions de cordon en bout de vecteur de remplissage sont donc plus importantes et peuvent nuire à la géométrie du pore.

V.13. Hauteur des pores déterministes avec les paramètres *downskin* – chapitre IV

| VED (J.mm ⁻³) ¹ | 42 | 33 | 25 | 19 | Rayon de pore (µm) |
|--|--------|--------|--------|--------|--------------------|
| 3 | 968,5 | 981,1 | 1016,9 | 997,1 | r450 |
| | 836,4 | 845,7 | 858,5 | 811,5 | r350 |
| | 560,1 | 596,9 | 554,6 | 571,1 | r250 |
| | 350,0 | 347,2 | 375,6 | 409,9 | r150 |
| | 314,0 | 254,2 | 327,9 | 306,4 | r125 |
| | 254,3 | 171,0 | 251,9 | 259,2 | r100 |
| | 59,4 | 172,1 | 157,8 | 224,9 | r75 |
| 5 | 988,5 | 1087,0 | 1102,2 | 1088,3 | r450 |
| | 856,4 | 914,4 | 919,9 | 915,7 | r350 |
| | 627,1 | 619,4 | 732,4 | 667,9 | r250 |
| | 376,7 | 442,9 | 463,2 | 417,8 | r150 |
| | 332,6 | 350,7 | 365,3 | 323,9 | r125 |
| | 336,0 | 300,4 | 352,0 | 313,1 | r100 |
| | 184,5 | 192,3 | 166,7 | 202,8 | r75 |
| 7 | 1043,5 | 1124,5 | 1127,2 | 1127,1 | r450 |
| | 856,4 | 958,9 | 961,2 | 940,9 | r350 |
| | 595,1 | 731,8 | 677,8 | 753,0 | r250 |
| | 348,2 | 458,1 | 468,6 | 485,8 | r150 |
| | 359,8 | 385,3 | 416,3 | 437,0 | r125 |
| | 310,8 | 350,0 | 431,2 | 356,4 | r100 |
| | 108,9 | 245,4 | 294,6 | 165,6 | r75 |
| 9 | 1043,4 | 1147,4 | 1183,2 | 1240,2 | r450 |
| | 862,8 | 933,5 | 1020,3 | 1080,7 | r350 |
| | 635,3 | 801,5 | 754,5 | 815,8 | r250 |
| | 399,3 | 451,4 | 514,8 | 549,7 | r150 |
| | 371,7 | 456,6 | 474,2 | 447,2 | r125 |
| | 316,2 | 356,3 | 463,6 | 413,0 | r100 |
| | 140,0 | 195,0 | 567,1 | 330,4 | r75 |

Tableau V-6: Évolution des hauteurs mesurées en métallographie (µm)

¹ Voir Eq. I-9

PUBLICATIONS ET CONFÉRENCES

Publications écrites

Journaux internationaux

- O. Andreau, I. Koutiri, P. Peyre, J.-D. Penot, N. Saintier, E. Pessard, T. De Terris, C. Dupuy, T. Baudin, Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting, J. Mater. Process. Technol. 264 (2019) 21–31. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049>
- O. Andreau, E. Pessard, I. Koutiri, J.-D. Penot, C. Dupuy, N. Saintier, C. Dupuy, P. Peyre, A competition between the contour and hatching zones on the high cycle fatigue behaviour of 316L stainless steel : Analyzed using X-ray computed tomography, Mat. Science. Eng. A 757 (2019) 146-159 <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.101>

Proceeding

- Andreau, O., Peyre, P., Penot, J.D., Koutiri, I., Dupuy, C., Pessard, E., Saintier, N., 2017. Deterministic defect generation in selective laser melting: parametric optimization and control. Lasers Manuf. - WLT eV 1–11

Communications Orales

- Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. Journées du Groupe De Recherche sur la Solidification des Alliages Métalliques à Grenoble du 5 au 6/12/2016
- Génération de défauts déterministes en SLM. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. Réseau National de Connaissance Fabrication Additive à Angers le 20/06/2017
- Deterministic Defect Generation in Selective Laser Melting: Parametric optimization and control. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. Conférence internationale Lasers in Manufacturing (WLT) Munich (Allemagne) du 26 au 29/06/2017

- Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. École Thématique Laser'Ape à Nouan-le-Fuzelier du 2 au 5/10/2017
- Texture induite par fabrication SLM. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. Réseau National de Connaissance Fabrication Additive à Paris le 11/01/2018
- Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. Fédération Francilienne de Mécanique à Fontainebleau du 4 au 5/06/2018
- Microstructure and Texture Control of 316L Stainless Steel parts. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, Corinne Dupuy, E. Pessard. Conférence internationale Junior Euromat Budapest (Hongrie) du 08 au 12/07/2018. Prix de la 2^{ème} meilleure presentation.
- Nocivité en fatigue et contrôle de défauts produits par fabrication additive. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. Réseau National de Connaissance Fatigue à Bordeaux le 18/01/2019.
- Influence of contour and hatching areas on the high cycle fatigue endurance of 316L LPBF parts. O. Andreau, P.Peyre, I. Koutiri, N. Saintier, J.D. Penot, E. Pessard. Conférence internationale ICWAM à Metz du 5 au 7/06/2019.

NOCIVITÉ EN FATIGUE ET CONTRÔLE DE DÉFAUTS PRODUITS PAR FABRICATION ADDITIVE

RESUME : Le procédé de fusion laser sélective de lit de poudre, également appelé SLM, permet de fabriquer des pièces métalliques en fusionnant des couches de poudre. Cette méthode novatrice donne accès à un large éventail de pièces aux géométries complexes, permettant notamment d'alléger les structures. Toutefois, la bonne tenue mécanique de ce type de pièces, en particulier dans le domaine de la fatigue, reste un enjeu industriel majeur. Les pièces élaborées par SLM peuvent en effet contenir des pores (débouchants ou internes) pouvant détériorer leurs propriétés mécaniques. Les travaux réalisés ont pour but de caractériser l'influence de défauts poreux sur l'endurance en fatigue à grand nombre de cycles de pièces en acier 316L fabriquées par SLM, et s'articulent autour de trois parties. La première consiste à identifier les paramètres de fabrication SLM contrôlant la densification et la microstructure des pièces. Une distinction sera faite entre les différents types de pores créés, dont la morphologie et les dimensions dépendent des conditions énergétiques de l'interaction laser-matière. Les pores créés seront mis en perspective par la microstructure du matériau brut, dont l'orientation cristallographique et la taille de grain est principalement reliée au recouvrement et la morphologie des cordons. Le deuxième aspect des travaux a consisté à utiliser les résultats de la recherche paramétrique pour générer des éprouvettes de fatigue contenant différentes populations de défauts aléatoires (stochastiques) internes observées en tomographie à rayons X, tout en conservant des microstructures similaires. L'influence relative des populations de défauts internes créées sur l'endurance en fatigue est quantifiée et comparée à la tenue d'éprouvettes optimisées contenant un taux de porosité minimal. Enfin, des défauts modèles internes (déterministes) aux dimensions variables, et dont la position et la morphologie sont contrôlées, ont été générés après optimisation paramétrique dans des pièces denses. Un seuil d'amorçage sur défaut interne par rapport aux défauts de surface a ainsi pu être dégagé, et pourrait être lié à l'environnement gazeux local lors de l'amorçage et la propagation de la fissure.

Mots-clés : Fabrication additive, fusion, poudre, laser, acier inoxydable, porosité, fatigue, endurance

CONTROL AND NOCIVITY OF DEFECTS PRODUCED WITH ADDITIVE MANUFACTURING

ABSTRACT : The Selective Laser Melting Process (SLM) consists in manufacturing metallic parts by melting successive powders layers. This new additive manufacturing method allows building new complex geometries that can help lighten structures, such as lattice parts. However, the mechanical properties of additive manufacturing parts are still an industrial concern, especially for high cycle fatigue behavior. Such parts can indeed comprise surface and internal pores that can be deleterious to mechanical properties. The goal of this thesis is to characterize the influence of porous defects on the high cycle fatigue performance of 316L SLM parts. Firstly, some key SLM parameters that can control the porosity and the microstructure of fabricated parts were quantified. A distinction between the pore types was proposed, and their characteristics were related to the volumetric energy density delivered by the laser. The microstructure was also investigated, with a focus on crystallographic orientation and grain size, depending on the melt pool overlap and morphology. Secondly, using X-ray tomography, a parametric research was conducted to generate and characterize optimized fatigue samples with a minimal amount of pores. Such samples were used as a reference for other fatigue samples containing various randomly distributed pore populations, with similar microstructures. The relative influence of different internal pore populations on the high cycle fatigue endurance was quantified, for similar surface pore population. Finally, deterministic pores with controlled morphology, position and various dimensions were generated after a detailed parametric optimization. A specific internal crack initiation threshold was evidenced for deterministic defects, which was supposed to be linked to the local gaseous environment during crack initiation and propagation.

Keywords : Additive manufacturing, fusion, laser, powder, stainless steel, porosity, fatigue, endurance

