



HAL
open science

Microstructure, texture et propagation des ondes ultrasonores dans un superalliage à base de nickel fait par fabrication additive

Amal Khabouchi

► **To cite this version:**

Amal Khabouchi. Microstructure, texture et propagation des ondes ultrasonores dans un superalliage à base de nickel fait par fabrication additive. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Lorraine, 2021. Français. NNT : 2021LORR0349 . tel-03719680

HAL Id: tel-03719680

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03719680>

Submitted on 11 Jul 2022

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.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact bibliothèque : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

Thèse

Présentée et soutenue publiquement pour l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE

Spécialité : Science des Matériaux

Présentée par :
Amal Khabouchi

Microstructure, texture et propagation des ondes ultrasonores dans un superalliage à base de nickel fait par fabrication additive

Thèse soutenue publiquement le 18 novembre 2021 devant le jury composé de :

M. Dominique Daloz	Professeur des universités, IJL Nancy	Président
Mme Muriel Véron	Professeure des universités, SIMAP Grenoble	Rapporteuse
M. Jacques Lacaze	Directeur de Recherche, CIRIMAT Toulouse	Rapporteur
Mme Cécile Gueudré	Maître de Conférence HDR, LMA Marseille	Examinatrice
M. Nicolas Leymarie	Ingénieur de recherche, CEA-LIST Saclay	Examinateur
M. Alain Hazotte	Professeur des universités, LEM3 Metz	Directeur
M. Lionel Germain	Maître de conférences HDR, LEM3 Metz	Co-Encadrant
M. Benoît Marchand	CEA Tech - Partenariats Industriels, Metz	Invité

**Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux – LEM3
Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives - CEA Tech-LIST**

*« Si vous comprenez comment fonctionne
l'Univers, alors vous le contrôlez d'une
certaine manière ».*

Stephen Hawking

*« Rien dans la vie n'est à craindre, tout doit être compris.
C'est maintenant le moment de comprendre davantage,
afin de craindre moins ».*

Marie Curie.

*« Je vais soit trouver un moyen,
soit en créer un ».*

Hannibal Barca

À mon père ...

À ma mère ...

Remerciements

Ce projet de recherche a été réalisé dans le cadre d'une coopération entre le Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux, LEM3 et le Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives, CEA Tech, plus précisément l'institut LIST.

Je veux commencer par remercier énormément Alain Hazotte et Lionel Germain pour m'avoir accompagnée et soutenue tout le long de ce projet. Ils n'ont jamais hésité à m'accorder un très bon encadrement de très bonne qualité scientifique et pédagogique. C'est grâce à leur précieuses conseils et expertises que ce projet a pu aboutir. Je tiens aussi à remercier Monsieur Nicolas Leymarie qui a rejoint notre projet un peu tard et pourtant il a énormément contribué à ce travail de recherche par son notable expertise dans le domaine du contrôle non destructif des matériaux anisotropes. J'adresse aussi mes remerciements à Monsieur Benoît Marchand qui était très présent et qui n'a jamais hésité à apporter son soutien tout le long de ce projet.

Je veux également remercier l'ensemble du jury pour avoir accepté d'évaluer ce travail. Je tiens à remercier Madame Muriel Véron, Professeure des universités, SIMAP Grenoble, et Monsieur Jacques Lacaze, Directeur de Recherche, CIRIMAT Toulouse, pour avoir accepté d'être des rapporteurs pour ce travail. De même, je tiens à remercier Madame Cécile Gueudré qui a accepté d'être examinatrice pour ce travail. Et bien évidemment je veux exprimer ma gratitude à Monsieur Dominique Daloz, Professeur des universités, IJL Nancy, qui a accepté à être le président de jury. J'aimerai aussi adresser ma gratitude à l'école doctorale C2MP, présidée par Monsieur Dominique Daloz, qui m'a soutenue et m'a donnée la possibilité de finir ce travail de recherche malgré les difficultés rencontrées.

Une grande partie de ce travail a été réalisée entre les murs du laboratoire LEM3. Ainsi, je veux exprimer mes remerciements à tous les personnels du LEM3 qui ont aidé d'une façon ou d'une autre à rendre ce projet une réalité. Je cite notamment Julien Oury, Benoit Beausir, Jean-Jacques Fundenberger, Guillaume Robin et Arlette Jacquierre. Je remercie aussi tous les autres doctorants et post-doctorants comme Dasha, Alban, Wafa, Pierre, Rita, Jing, Paul, Satya et d'autres pour leur aide et aussi pour les bons moments partagés ensemble. Je n'oublierai pas à évoquer dans ce cadre le grand support moral que j'avais reçu de la part de mes collègues et mes amie Mariem et Hana qui étaient à mes côtés dans les moments les plus difficiles.

Et enfin, je tiens à exprimer ma gratitude à ma famille qui m'a soutenue et m'a encouragée dans les moments les plus sombres. Je cite particulièrement dans ce cadre mon père, Houcine Khabouchi, à qui je dédie ce manuscrit, et qui nous a quitté au milieu de ma thèse. J'espère que j'ai pu le rendre fier de cet accomplissement. Je n'oublierai pas bien évidemment le grand soutien moral que j'ai reçu de la part de mon chéri, Manoj Subramani, qui a joué un rôle très important pour l'aboutissement de ce projet. C'est grâce à ces gens proches et à leur amour inconditionnel que je suis arrivée là.

A toutes les personnes que j'oublie, merci infiniment.

Table des matières

Introduction générale	11
Chapitre I : Etude bibliographique.....	13
I.1. Fabrication additive métallique	13
I.1.1. Présentation générale.....	13
I.1.2. Fabrication additive métallique – Avantages et inconvénients	14
I.1.3. Procédé SLM	17
I.2. Inconel 625 et microstructures issues du SLM.....	21
I.2.1. L’Inconel 625	21
I.2.2. Microstructures caractéristiques des pièces issues du SLM	24
I.2.3. Influence des paramètres du procédé sur les porosités.....	27
I.3. Textures cristallines issues du SLM - Influence des paramètres du procédé.....	29
I.3.1. Variété des textures et croissance de grains	29
I.3.2. Influence de la densité d’énergie apportée par le laser	32
I.3.3. Influence de la stratégie de balayage.....	34
I.3.4. Autres paramètres influents	36
I.4. Méthodes d’évaluation non destructive par ondes ultrasonores	39
I.4.1. Les ondes ultrasonores : notions caractéristiques	39
I.4.2. Relations entre les ondes ultrasonores et l’élasticité : principes théoriques de l’élastodynamique	43
I.5. Positionnement de la thèse - Introduction et contexte de l’étude	47
Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales	49
II.1. Echantillons étudiés	49
II.2. Caractérisation de la microstructure et de la texture cristalline	52
II.2.1. Préparation des échantillons	52
II.2.2. Caractérisation de la microstructure	54
II.2.3. Caractérisation de la texture cristalline et de la structure des grains	56
II.3. Caractérisation par propagation d’ondes ultrasonores.....	61
II.3.1 Propagation des ultrasons	61
II.3.2 Dispositifs expérimentaux	64
II.3.3 Analyse des données de propagation des ondes ultrasonores	67
Chapitre III : Caractérisation de la microstructure et la texture de SLM.....	69
III.1. Microstructure	69
III.1.1. Bains de fusion	69
III.1.2. Structures de solidification.....	74
III.1.3. Porosités	76
III.1.4. Morphologie et taille des grains	78

III.2. Texture cristalline.....	82
III.2.1. Texture cristalline en conditions standards.....	82
III.2.2. Origines de la texture.....	88
III.3. Stabilité de la microstructure standard de SLM.....	96
III.4. Conclusions.....	101
Chapitre IV : Effet des paramètres SLM sur la microstructure et la texture cristalline.....	103
IV.1. Approche expérimentale et résultats bruts.....	103
IV.2. Analyse de l'effet des paramètres sur le taux de porosités.....	105
IV.2.1. Vitesse de lasage et effet Keyhole.....	107
IV.2.2. Défocalisation et taux de porosités.....	109
IV.3. Analyse de l'effet des paramètres du procédé sur la texture cristalline.....	112
IV.3.1. Densité d'énergie et texture cristalline.....	115
IV.3.2. Défocalisation et modification de texture.....	117
IV.3.3. Microstructures et microtextures spécifiques aux balayages unidirectionnels.....	119
IV.4. Conclusions.....	123
Chapitre V : Evaluation de l'anisotropie par ondes ultrasonores.....	124
V.1. Mesure des vitesses de propagation des ondes ultrasonores.....	125
V.1.1. Résultats des A-scans.....	125
V.1.2. Résultats des B-scans.....	127
V.1.3. Discussion.....	129
V.2. Estimations de l'anisotropie élastique à partir des données de texture.....	130
V.2.1. Calcul du tenseur de rigidité d'un polycristal.....	131
V.2.2. Calcul des vitesses de propagation à partir du tenseur de rigidité du polycristal.....	132
V.2.3. Etude de la sensibilité de la méthode basée sur la texture.....	133
V.2.4. Effets possibles d'autres caractéristiques de microstructure.....	136
V.3. Conclusions.....	137
Conclusions et perspectives.....	138
Annexes.....	142
Annexe A : Mesure des densités des petits cubes par densitométrie par immersion (méthode d'Archimède).....	142
Annexe B : Fusion/resolidification d'un alliage Inconel 718.....	145
Démarche expérimentale.....	145
Préparation des échantillons.....	145
Principales observations.....	146
Bibliographie.....	150

Introduction générale

La fabrication additive est une technique industrielle révolutionnaire qui suscite un intérêt croissant depuis la fin des années 80 et commence petit à petit à remplacer les procédés conventionnels de fabrication, et même à ouvrir des horizons sur la création de nouveaux types de matériaux.

Cette importance lui est attribuée grâce à plusieurs spécificités, à savoir la possibilité presque infinie de construire des pièces avec des géométries complexes et la possibilité de mixer plusieurs types de poudres avec des compositions chimiques différentes pour obtenir des matériaux à propriétés bien déterminées selon l'application finale. Ces matériaux sont souvent appelés matériaux à gradation fonctionnelle (functionally graded materials [1]). La fabrication additive permet même de construire des matériaux composites [2]. Elle est à présent utilisée dans presque tous les domaines industriels : aérospatial, médical, automobile ainsi que celui des composants électroniques.

L'extension de la fabrication additive aux alliages métalliques est encore plus récente. Au cours des vingt dernières années, de nombreux procédés de fabrication additive métallique ont été développés. On peut citer la fusion laser sur lit de poudre (appelée SLM ou L-PBF), la Construction Laser Additive Directe (CLAD), le frittage sélectif sous laser (SLS) etc. ...

Bien qu'elle soit une technique très prometteuse, la fabrication additive, surtout la métallique, reste encore mal maîtrisée. Un gros travail technologique a été réalisé pour optimiser les paramètres de fabrication et améliorer les propriétés, notamment mécaniques, des pièces produites. Pour pouvoir exploiter à fond les atouts de la technique, un important effort de recherche reste cependant à faire pour bien comprendre et contrôler les mécanismes fins mis en jeu par les procédés. En conséquence, la communauté scientifique est actuellement très active dans ce domaine et les publications très nombreuses. D'un point de vue métallurgique, deux points apparaissent primordiaux pour la tenue mécanique des pièces. D'une part la présence de porosités, en plus ou moins forte proportion, dans le matériau déposé, qui peut conduire à une diminution de sa résistance. D'autre part, la texturation cristalline inhérente au procédé utilisé, qui se traduit par un comportement mécanique anisotrope.

Les travaux de cette thèse se situent dans ce contexte. Ils ont été menés dans le cadre d'une collaboration entre le LEM3 de Metz et le CEA-LIST de Saclay, intégrée dans un programme de recherche et d'innovation plus large liant le CEA-Tech de Lorraine et la Région Lorraine. Le CEA-LIST est spécialisé -entre autres- dans le développement de méthodes de contrôle non-destructif (CND) pour détecter la présence de défauts dans des pièces métalliques. Le LEM3 a une compétence particulière dans la quantification et la compréhension des textures cristallines des alliages métalliques liées à leurs conditions d'élaboration. D'un point de vue scientifique, les objectifs de la thèse étaient doubles : d'une part améliorer notre compréhension de la genèse des textures cristallines lors du dépôt d'un alliage métallique par SLM ; d'autre part, évaluer les conséquences de ces textures sur la propagation des ondes ultra-sonores utilisées classiquement en CND. D'un point de vue plus pratique, la question qui se posait en début de thèse était : l'anisotropie de propagation élastique des ultrasons liée à la texturation cristalline produite par le procédé SLM nécessite-t-elle de revoir le protocole de contrôle non-destructif par ultrasons ?

Le manuscrit de ce mémoire de thèse s'organise autour de cinq chapitres :

Le premier chapitre est essentiellement bibliographique. Il présente un état de l'art sur la fabrication additive, et en particulier sur le SLM. Après une présentation rapide des procédés, nous nous intéressons d'abord aux microstructures et aux textures résultant du SLM, puis à ce que dit la littérature de l'effet des paramètres du procédé sur les microstructures, les textures et les défauts, en particulier les porosités. Nous terminons ce premier chapitre par une partie concernant les ondes ultrasonores et leurs applications dans l'évaluation non destructive des pièces.

Le deuxième chapitre comprend la description du matériau d'étude qui est l'Inconel 625 et les raisons de son choix. Le chapitre présente aussi les méthodologies de travail que nous avons suivies, les

différentes techniques expérimentales de caractérisation microstructurales et de texture, ainsi que les traitements thermiques appliqués. Nous avons fait principalement appel au MEB, à l'EBS, et à la DRX ; ces expériences ont été menées au LEM3. Nous avons également mené des expériences d'évaluation non destructive par ondes ultrasonores au sein du CEA-LIST à Saclay.

Le troisième chapitre détaille le premier ensemble de résultats concernant la caractérisation de la microstructure et la texture cristalline de pièces réalisées par SLM par notre fournisseur Poly Shape, dans ses conditions standard de fabrication. Ce chapitre explore les mécanismes de formation de la microstructure et texture cristalline en relation avec les phénomènes physiques mis en jeu lors du procédé. Ce chapitre s'intéresse également à la stabilité des microstructures et à la recristallisation lors des traitements thermiques à différentes températures de maintien.

Le quatrième chapitre constitue une étude détaillée des conséquences d'écarts aux conditions standard, essentiellement sur le taux de porosités et la texture cristalline. En outre, nous nous sommes aussi intéressés dans ce chapitre à l'effet de certains paramètres liés à la géométrie de la pièce sur la microstructure, la texture et le taux de porosités.

Le cinquième et dernier chapitre s'intéresse à l'emploi des ondes ultrasonores dans l'investigation de l'anisotropie élastique présente dans certaines de nos pièces fabriquées par la technique SLM dans des conditions standards. Il compare cette approche « ultrasonore » à une autre approche de caractérisation de l'anisotropie élastique se basant sur les données de textures déjà recueillies.

Enfin, nous concluons et évoquons les perspectives de cette étude.

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1. Fabrication additive métallique

I.1.1. Présentation générale

Depuis l'aube de l'histoire, l'exploitation de la matière a constitué l'objectif principal de l'être humain afin de pouvoir subvenir à ses besoins quotidiens. Pour y arriver, il a fallu transformer la matière première en quelque chose d'utile. D'où l'apparition des différents procédés de fabrication permettant de transformer la matière de son état brut en pièces fonctionnelles.

Tout d'abord sont apparus les procédés de fonderie et de déformation plastique pour les métaux et les procédés de fabrication par soustraction de matière pour les autres types de matériaux. Ensuite, les procédés de soustraction de matière ont été développés pour être également appliqués aux métaux. Parmi ces procédés on peut citer le fraisage, le tournage, la découpe, etc. [3,4]. Tous ces procédés standards ont constitué pendant des siècles les techniques essentielles de fabrication pour presque toutes les industries.

Récemment, de nouveaux procédés par addition de matière sont apparus. Ils consistent à déposer de la matière couche par couche jusqu'à fabriquer une pièce tridimensionnelle finie (Figure 1.a). Les premiers procédés, comme le prototypage rapide et la stéréolithographie (Figure 1.b ; premier brevet en 1984), ont concerné les polymères. D'autres techniques de dépôt se sont ajoutées comme par exemple la fusion/collage de fils polymères ou composites (Figure 1.c), qui est à présent très largement répandue. L'ensemble de ces techniques a été rapidement regroupé sous le terme d'impression 3D (3D printing).

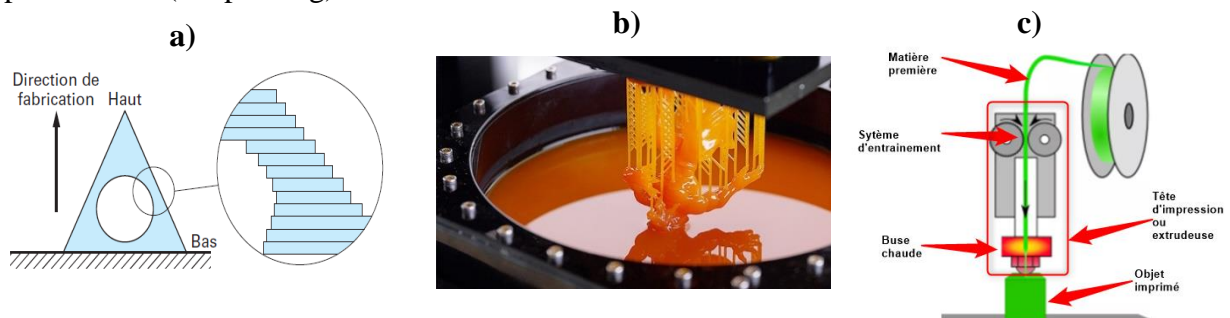


Figure 1 : Impression 3D de polymères [5] ; a) principe général de la construction couche par couche ; b) exemple de fabrication d'une pièce par stéréolithographie ; c) principe de l'impression 3D par dépôt de fils

Dans les années 2000, des avancées technologiques -notamment le développement de lasers fins et puissants et le contrôle très précis de leur trajectoire- ont permis de transférer le principe de l'impression 3D aux alliages métalliques [1,3,4,5]. Dans ce cas, on rassemble ces procédés également souvent sous le terme de "fabrication additive" métallique (additive manufacturing ou AM). A l'heure actuelle, un grand nombre de procédés basés sur le même principe mais avec des technologies différentes sont présents sur le marché. La Figure 2 en donne quelques exemples avec les matériaux concernés.

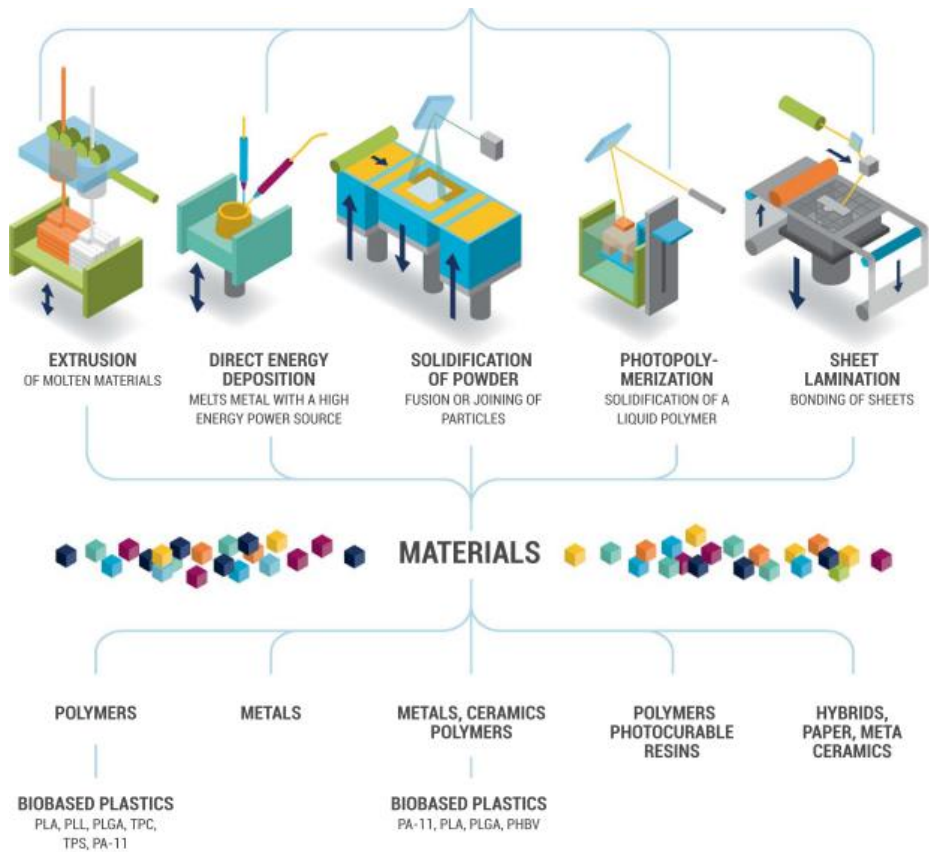


Figure 2 : Différents types de procédés d'impression 3D, ainsi que les différents matériaux utilisés [8]

L'utilisation de ces techniques augmente actuellement de 33% par an (cf. Figure 3.a) et elles commencent à couvrir tous les secteurs de l'industrie (cf. Figure 3.b) : l'industrie aérospatiale, médicale, sportive, automobile et moto [6], militaire, électronique, architecture, nucléaire [9,10], etc.

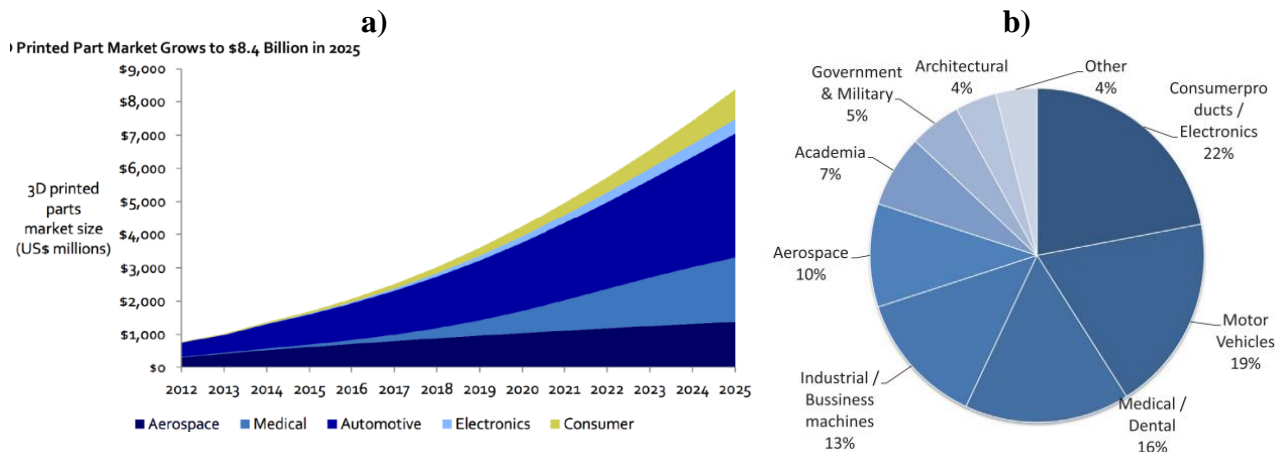


Figure 3 : a) Evolution de la part de marché de la fabrication additive par domaines industriels (source Lux Research) [3] ; b) Pourcentage des revenus de l'impression 3D par secteur industriel en 2014 [11]

I.1.2. Fabrication additive métallique – Avantages et inconvénients

Même si on restreint le champ à la seule fabrication additive métallique, les développements de ces deux dernières décennies ont produit un grand nombre de procédés actuellement disponibles et en concurrence sur le marché. La Figure 4 en donne un aperçu assez large. Ils se différencient selon la manière d'apporter la matière et l'énergie pour la déposer. Les deux façons les plus répandues d'apporter le métal sont soit sous forme d'une poudre ou d'un fil que l'on fond puis dépose sur la couche à former (Direct métal déposition), soit sous forme d'une couche ('lit') de poudre que l'on étale avant de la refondre localement (powder bed fusion). La chaleur nécessaire à la fusion est

apportée par un faisceau laser ou d'électrons, ou encore par une torche plasma ou TIG. Les procédés à lit de poudre (fusion par laser ou faisceau d'électrons) sont actuellement les plus utilisés à l'échelle industrielle. Ils utilisent comme source d'apport d'énergie surtout le laser et -en moindre proportion- le faisceau d'électrons. Le procédé étudié dans cette thèse concerne la fusion d'un lit de poudre par un faisceau laser (voir suite). Il est souvent dénommé SLM (Selective Laser Melting), bien que ce sigle corresponde également à une appellation commerciale.

L'avantage principal de ces techniques est qu'elles permettent de fabriquer en une seule opération des pièces de forme très complexes qui sont parfois impossibles à réaliser par d'autres techniques. La Figure 5 en donne quelques exemples particulièrement spectaculaires. Cette nouvelle voie technologique représente réellement une révolution dans le domaine de la mise en forme des alliages. Elle a ouvert aux ingénieurs un nouveau champ pour optimiser des formes de pièces de manière, par exemple, à les alléger au maximum (optimisation topologique) ou à leur donner un design plus attractif. Les fichiers de CAO (conception assistée par ordinateur) peuvent être directement convertis pour piloter la machine de fabrication, ce qui simplifie beaucoup les étapes de la conception à la fabrication. Le fait de travailler avec des grains de poudre ou des fils fins permet en outre d'éviter les ségrégations chimiques inévitables en fonderie directe ou de lingots, et donc d'obtenir des pièces de composition chimique et de microstructure très homogènes. Certains procédés permettent de déposer des couches de composition progressivement variable, ce qui permet d'obtenir des pièces caractérisées par un gradient de propriétés (ex. Figure 5.c). Certaines méthodes par dépôt direct peuvent également être utilisées en phase de postproduction, par exemple pour réparer certaines pièces (rechargement). C'est cas notamment du procédé CLAD [12].

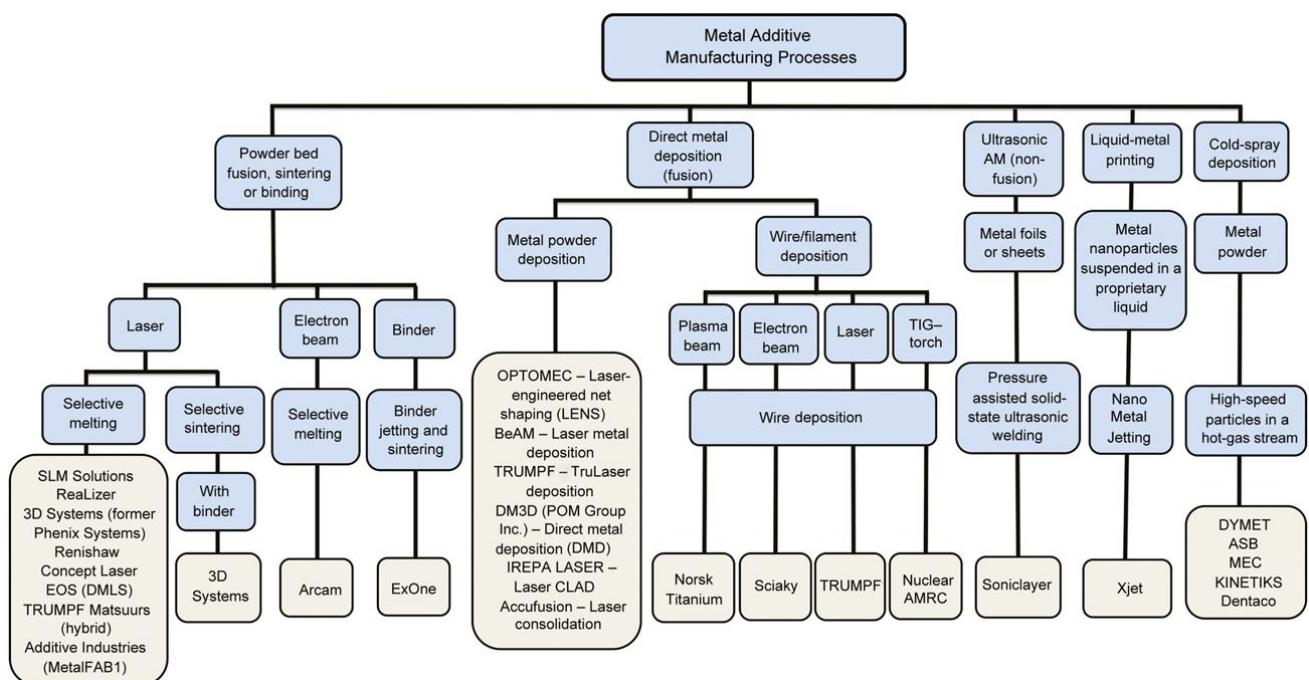


Figure 4 : Positionnement schématique des différentes techniques de fabrication additive métallique et quelques noms de fournisseurs d'équipements [13]

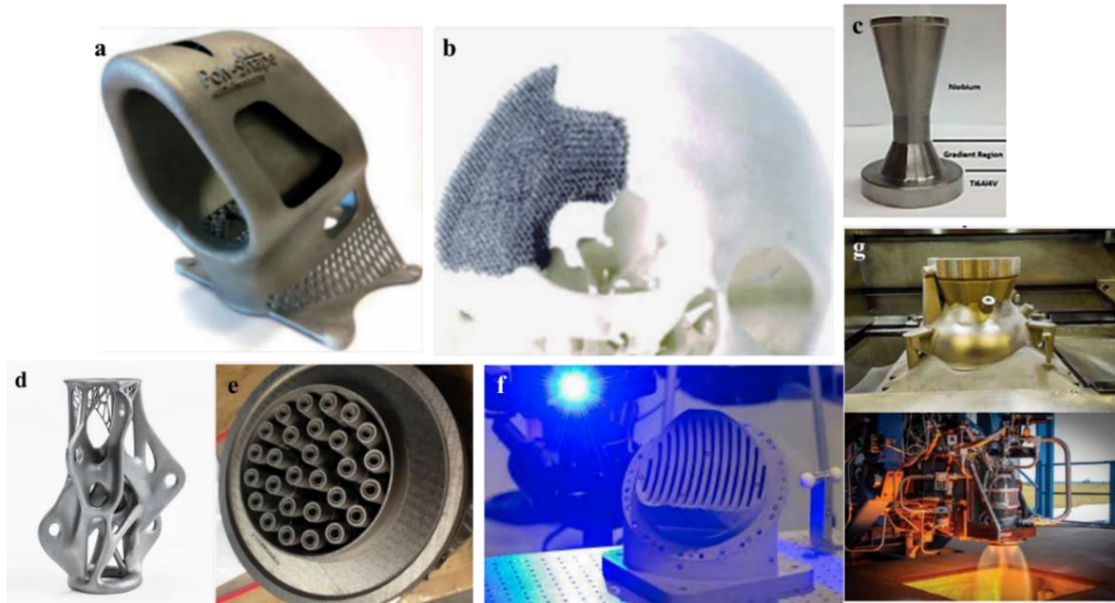


Figure 5: Exemples de pièces faites par fabrication additive : a) roll-loop de Formule 1 (Poly-Shape) ; b) lambeau crânien en Ti6Al4V obtenu par un procédé de fusion sur lit de poudre (Murr et al.) ; c) prototype de buse de fusée à gradient de titane / niobium (NASA) ; d) pièce avec une géométrie complexe ; e) injecteur de carburant à 28 éléments en Inconel 625 (NASA) ; f) déflecteur en Inconel Pogo-Z pour moteur ; g) chambre de combustion SpaceX SuperDraco pour Dragon V2 [14,15]

Par contre, les nouvelles techniques de fabrication additive métalliques présentent encore beaucoup de limitations et d'inconvénients qui ralentissent leur pénétration dans l'industrie. On peut citer notamment :

- Leurs cadences de production qui restent faibles et limitent donc leur utilisation à des pièces de faible ou moyenne série. La dimension des pièces est également limitée par le temps de fabrication ou la taille des enceintes de travail.
- La nécessité de disposer du matériau sous forme de poudre ou de fil fin, ce qui limite les alliages disponibles et augmente beaucoup le coût de la matière première. Les tailles des fils ou des poudres nécessaires -quelques dizaines de microns pour ces dernières- sont plutôt plus petites que pour d'autres applications comme le frittage sous pression isostatique à chaud ou le revêtement par projection. Ceci peut conduire à des problèmes liés à leur réactivité ou à leur toxicité.
- La forte rugosité de surface des pièces brutes de fabrication (de l'ordre du rayon des fils ou des poudres), qui est néfaste pour leur comportement mécanique, notamment en fatigue. Cet état de surface doit absolument être amélioré par différents procédés (sablage, usinage, polissage électrolytique ou mécanique, etc.) ce qui est difficile et onéreux dans le cas de pièces de géométrie complexe.
- La fusion très locale de poudres ou de fils nécessite de contrôler très précisément les paramètres de balayage et les caractéristiques de la source de chaleur, ce qui nécessite un important travail d'optimisation du process. Si ce n'est pas fait, on risque de se retrouver avec des pièces contenant des porosités dues à des infondus ou des surfusions (voir plus loin).
- Le fait que ces procédés mettent en jeu des forts gradients thermiques (dépôt d'un liquide chaud sur une surface froide) crée des contraintes internes très importantes. Au mieux, elles nécessitent des traitements thermiques de détensionnement, au pire elles peuvent aller jusqu'à des déformations ou même des ruptures des pièces.
- Du fait de l'anisotropie du procédé (couches empilées selon une direction particulière) le matériau présente des anisotropies plus ou moins marquées de microstructure, de texture

cristalline et donc de propriétés mécaniques. C'est ce problème qui sera considéré dans cette thèse.

Ces limitations font que la fabrication additive est actuellement considérée dans l'industrie comme étant une technique chère et encore mal maîtrisée. Ce dernier point nécessite la mise en place de contrôles non-destructifs pour vérifier la qualité des pièces

I.1.3. Procédé SLM

I.1.3.1. Principes et grandeurs opératoires

La « fusion laser sur lit de poudre », ou SLM (Selective Laser Melting) est donc un des procédés de fabrication additive métallique les plus utilisés. Bien qu'ayant une productivité relativement basse en comparaison des procédés de dépôt direct, il permet d'obtenir des pièces de bonne qualité, avec des propriétés comparables, voire parfois meilleures que celles des pièces faites avec des procédés standards. A titre d'exemple, Bauer et al. [16] et Amato et al. [17] ont pu obtenir des pièces en superalliage à base de Nickel faites par SLM presque sans défauts, avec des propriétés mécaniques améliorées en ce qui concerne la résistance à la traction ultime par rapport au matériau moulé ou forgé.

Le principe général du SLM est décrit schématiquement dans la Figure 6. Pour chaque couche, un racleur étale un lit de poudre métallique d'épaisseur fixée. Ensuite un laser dont le déplacement est piloté vient fondre uniquement la surface correspondant à la coupe de la pièce à construire, en balayant cette surface selon une trajectoire fixée par l'opérateur (voir plus loin). On nomme souvent « lasage » cette partie de l'opération. La poudre fondue se resolidifie après le passage du laser et la surface solide est ainsi créée. Le plateau est alors abaissé de l'épaisseur de la nouvelle couche de poudre qui sera étalée, et le processus est répété jusqu'à ce que la pièce soit complètement réalisée. Cette dernière est enfin séparée du plateau et nettoyée de la poudre non fondue. Lorsque des surfaces doivent être formées en surplomb du lit de poudre, des piliers de soutien doivent être prévus ('supports' sur la Figure 6.a), qui seront éliminés après récupération de la pièce finie.

La puissance, la vitesse et le plan de focalisation du laser sont contrôlés tout au long du processus. Ces paramètres déterminent la largeur et la profondeur de la zone fondue au passage du laser ('cordon de lasage'). La trajectoire du laser, que nous appellerons « stratégie de lasage » dans la suite, est également fixée par l'opérateur. Le plus souvent, les contours de la pièce sont d'abord tracés, puis les surfaces internes sont remplies par des passages successifs du laser. A chaque passage, certaines parties solides préalablement déposées dans la couche en cours ou dans la couche précédente sont refondues (Figure 6.b), ce qui garantit la cohésion entre couches. La distance entre deux bains de fusion adjacents est appelée « hatching distance/spacing ». Durant tout le processus, un gaz neutre, comme l'argon ou l'azote, est soufflé pour éviter l'oxydation en formant une atmosphère sans oxygène.

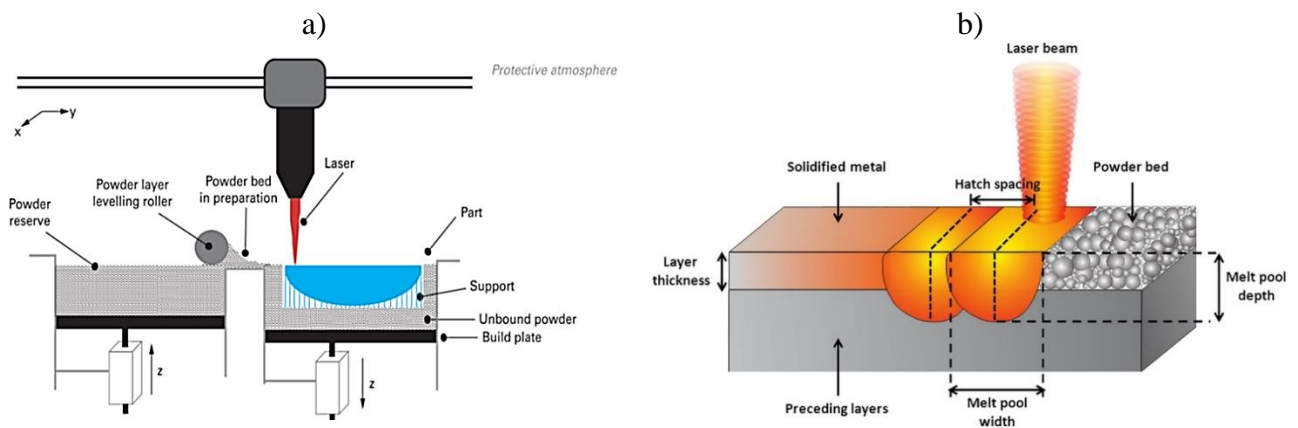


Figure 6: Illustrations à deux échelles du processus de fusion laser sur lit de poudre: a) schéma de principe de l'équipement [15,18] ; b) représentation de l'interaction entre le faisceau laser et le lit de poudre et explication des différents termes fréquemment utilisés en SLM [19].

L'épaisseur des couches e_c et la distance entre passages du laser (hatching distance) H_s sont des paramètres machines fixés par l'opérateur, avec la puissance du laser P_L et sa vitesse de déplacement V_s . La Figure 7 situe le procédé de fusion de lit de poudre par rapport à d'autres procédés de fabrication additive. On voit que le SLM se caractérise par une faible puissance apportée localement par le laser, c'est-à-dire une faible quantité de matière fondue à un instant donné, et par contre des vitesses de balayage plutôt rapides.

Deux grandeurs opératoires sont souvent utilisées en pratique :

- La vitesse (ou taux) d'accumulation (en anglais build up rate) [20–22], définie comme $V_A = e_c \cdot H_s \cdot V_s$, est directement reliée à la productivité du procédé puisqu'elle caractérise le volume de matière déposée par unité de temps [en m^3/s ou le plus souvent mm^3/s]
- La densité d'énergie apportée par le laser [47], définie comme $E_V = P_L / (e_c \cdot H_s \cdot V_s)$ [J/mm^3], caractérise la quantité d'énergie apportée par volume de matière déposée. On verra au §.1.3 que cette grandeur détermine fortement la qualité métallurgique de la pièce fabriquée.

Concernant cette seconde grandeur, la formule ci-dessus ne prend pas en compte le rendement d'absorption du faisceau laser par le lit de poudre, qui peut être très faible dans certains cas (de l'ordre de 60% pour des poudres de Ni [23]). Par ailleurs, lorsque le diamètre du faisceau laser au niveau de la couche courante, D_L , est connu, il est habituel -et logique- de substituer H_s par D_L dans le calcul. En pratique, D_L dépend du point de focalisation du laser qui est souvent réglé sur la couche à déposer mais aussi parfois légèrement en dessous ou au-dessus (défocalisation) [24,25]. Enfin, pour des études plus précises de la forme du cordon de lasage, certains auteurs caractérisent le profil d'énergie du laser le long du diamètre et travaillent avec une distribution radiale de densité d'énergie.

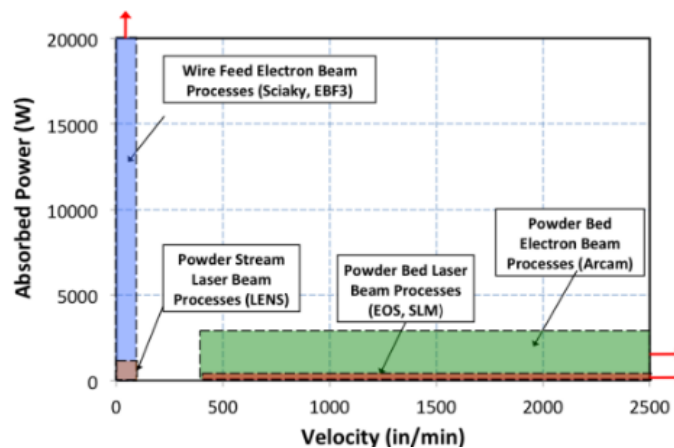


Figure 7 : Carte Puissance absorbée-vitesse du laser des différentes régions d'exploitation des principaux procédés de fabrication additive métallique [26]

Dans le cas du SLM, la densité de puissance est relativement plus faible que pour les autres techniques (puissance faible et vitesses plutôt élevées), et donc les volumes fondus relativement petits. L'optimisation du procédé consiste à trouver un compromis entre une productivité élevée (haute vitesse, couches épaisses et grande distance entre passages) et une bonne qualité métallurgique du produit. Cette dernière passe par une fusion complète de la poudre et un recouvrement des bords de fusion entre passages et couches successifs. A partir d'un modèle géométrique simplifié des bords de fusion (Figure 8), Tang et al.[21] ont proposé un critère pour assurer une fusion complète de la poudre et donc éviter la présence de porosités. Ce critère est défini par l'inéquation suivante :

$$\left(\frac{H_s}{W}\right)^2 + \left(\frac{e_c}{D}\right)^2 \leq 1$$

Avec W la largeur du bain de fusion et D sa profondeur. W et D ne sont pas fixés par l'opérateur mais liés aux paramètres du laser (puissance, vitesse et focalisation) et à son interaction avec le matériau. En ce sens, ils dépendent donc aussi du rendement de cette interaction (puissance effectivement absorbée), des propriétés thermiques du matériau, du comportement du bain de fusion (mouvement du liquide, effet Marangoni, etc.) et de la chaleur latente de fusion. A cause de la complexité des interactions entre tous ces paramètres, il est très difficile de prévoir la valeur de W et D par des simulations. La forme des bains de fusion (section et longueur) peut également varier fortement d'un matériau à l'autre. En pratique, le réglage des paramètres opératoires est fait empiriquement et les caractéristiques du bain sont mesurées a posteriori, souvent en réalisant un passage unique du laser.

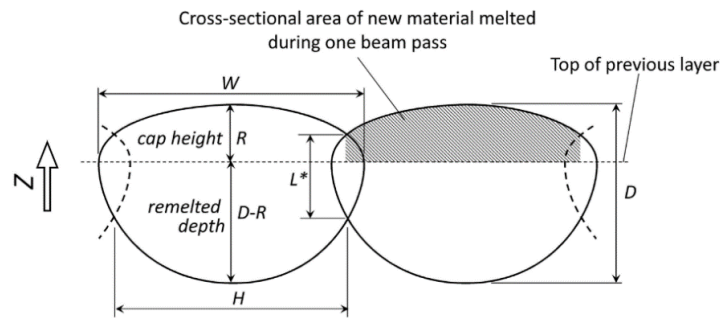


Figure 8: Schéma de la forme supposée par Tang et al. [21] de la double demi-ellipse des bains de fusion, montrant le chevauchement entre deux bains adjacents (pour une coupe transversale dans la direction de construction, perpendiculaire à la direction de balayage du faisceau)

I.1.3.2. Possibilités et limites du procédé SLM

Comme dit plus haut, le procédé SLM permet -après optimisation des paramètres- d'obtenir des pièces de bonne qualité métallurgique, mais avec des cadences plus faibles que les procédés de dépôt direct. Ce second point le limite à la production de petites pièces unitaires ou en petites séries. Par contre, la faible granulométrie des poudres utilisées, la finesse des nouveaux faisceaux laser ainsi que la possibilité de contrôler leur trajectoire avec grande précision permettent de réaliser des pièces complexes présentant des parties très fines. L'exemple le plus spectaculaire est sans doute les structures en réseaux (crystal lattices) illustrées dans la Figure 9, grâce auxquelles il devient possible d'alléger considérablement des pièces ou de leur donner un comportement élastique particulier (par

exemple réduire leur module d'élasticité apparent). Il est même possible de concevoir de tels réseaux avec des gradients de structure permettant de contrôler des gradients de propriétés (Figure 9.c) [29].

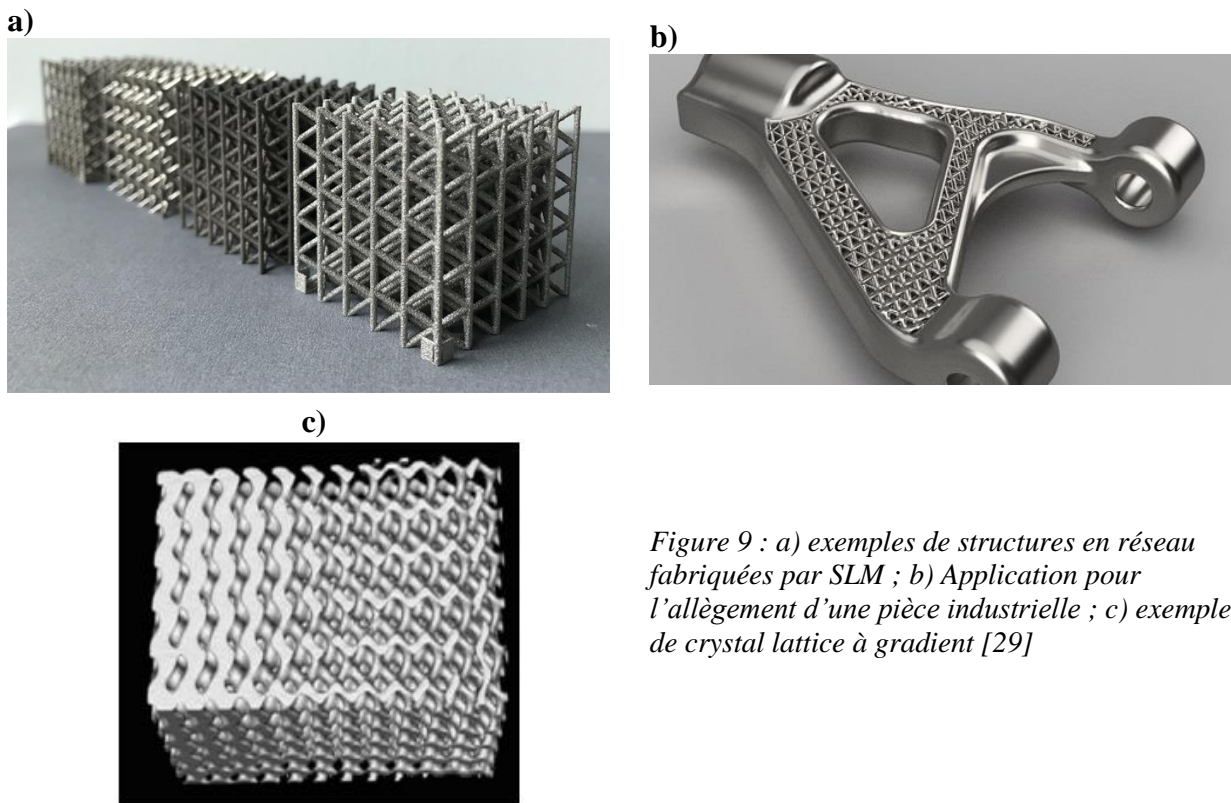


Figure 9 : a) exemples de structures en réseau fabriquées par SLM ; b) Application pour l'allègement d'une pièce industrielle ; c) exemple de crystal lattice à gradient [29]

Les pièces issues du SLM permettent également d'atteindre des états de surface meilleurs que ceux obtenus par d'autres procédés de fabrication additive métallique. Ceci est dû d'une part à la finesse des poudres utilisées et d'autre part à la possibilité d'utiliser des paramètres laser différents entre la phase de contournage et celle de remplissage, pour gagner en précision (donc en état de surface et en résistance à la fatigue) en surface, tout en assurant une productivité acceptable dans le volume intérieur (stratégie « coque-noyau ») [27]. Des études récentes [28] ont même envisagé la possibilité d'utiliser un focus dynamique pour ce même objectif. En effet, l'augmentation du diamètre du faisceau laser améliore la vitesse de construction de SLM, mais entraîne une perte de précision.

Plus généralement, l'optimisation de la stratégie de lasage est une problématique importante du SLM, qui a justifié un grand nombre d'études technologiques. Différents trajets peuvent en effet être utilisés pour remplir les surfaces internes (cf. Figure 10.a) et des trajectoires d'orientation différentes peuvent être utilisées pour deux couches successives. Les possibilités sont donc très nombreuses. Les meilleures stratégies sont celles qui minimisent les temps d'exécution tout en limitant au maximum les anisotropies microstructurales et de textures. Pour atteindre le premier objectif, certains équipements récents offrent la possibilité d'utiliser plusieurs lasers avec recouvrement (cf. Figure 10.b). La diminution des anisotropies fait l'objet de cette thèse. Pour des pièces massives, les trajectoires les plus utilisées sont celles en bandes fines (paintbrush scanning ou stripping) ou en damiers (chessboard scanning) réalisées par un balayage en zig-zag (Figure 10.a), ce qui permet de limiter les temps de retour (et donc de refroidissement) entre deux lignes de lasage. La solution la plus couramment utilisée par les fournisseurs de pièces consiste à conserver le même type de balayage d'une couche à l'autre, mais en effectuant une rotation des directions principales et/ou un décalage des lignes de lasage entre deux couches successives.

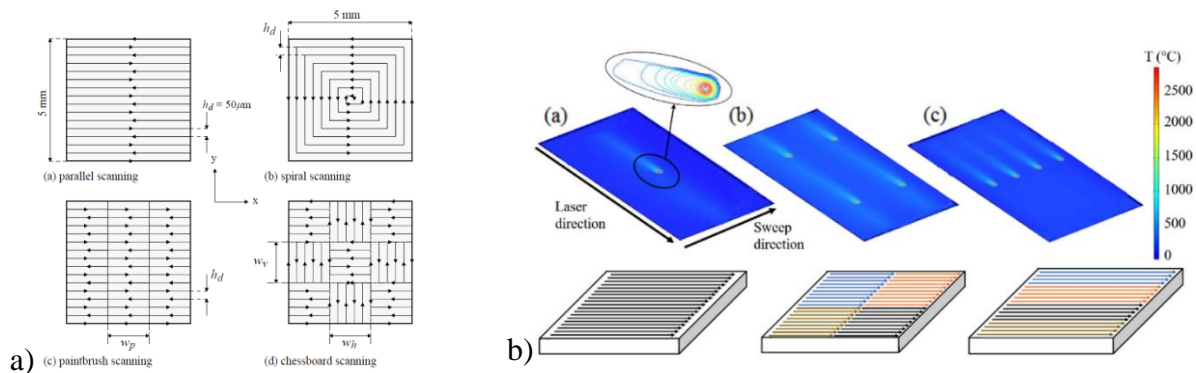


Figure 10 : a) différentes stratégies de lasage possibles [29] ; b) simulation numérique de stratégies de balayage et réponses en température respectives dans trois cas de balayage : i) balayage linéaire avec un laser, ii) balayage en damier avec 4 lasers et iii) balayage linéaire avec quatre lasers [30]

Le SLM travaille à partir de poudres de faible granulométrie étalées en couche fine, ce qui représente une autre limitation du procédé. En effet, d'une part peu de nuances d'alliages sont disponibles commercialement sous cette forme. Certains travaux ont montré qu'il était possible de former des alliages binaires in situ à partir de poudres élémentaires [31], mais les réglages paramétriques sont difficiles -surtout si le point de fusion des éléments sont différents- et des alliages plus complexes avec éléments mineurs sont impossibles à produire. D'autre part, les couches déposées sont à peine plus épaisses que la taille moyenne des grains de poudre (quelques dizaines de microns), ce qui nécessite que ces poudres présentent une excellente coulabilité (ou étalabilité). Cette propriété est associée à une très bonne sphéricité des grains, qui ne peut être obtenue que par atomisation [32,33], procédé coûteux et difficile à optimiser. De plus, la granulométrie des poudres produites est généralement plus large (fraction importante de grains de diamètre supérieur à 100 microns) que celles requises pour le SLM, ce qui oblige à filtrer le lot et conduit donc à un faible rendement de production et à des prix de vente élevés.

I.2. Inconel 625 et microstructures issues du SLM

Les matériaux et alliages utilisés en SLM sont multiples et diversifiés ; chaque matériau, étant dédié à une application particulière, présente des microstructures différentes. Dans cette étude, nous nous sommes intéressés aux superalliages à base de nickel, et plus particulièrement à l'Inconel 625. Le choix d'un superalliage est justifié d'une part par le fait que, à l'état solide, ces alliages ne subissent pas de transformation de phase susceptible de changer la structure polygranulaire brute de solidification, seulement de la précipitation fine. D'autre part, parmi les métaux courants à structure cristallographique cubique, le nickel présente une assez forte anisotropie [34]. Deux superalliages proches sont actuellement bien maîtrisés en fabrication additive industrielle, l'Inconel 625 et l'Inconel 718. Le choix du premier vient de sa disponibilité chez le fournisseur en début de thèse.

Dans ce paragraphe, nous allons tout d'abord présenter l'Inconel 625 et sa structure d'équilibre, puis sa microstructure typique de SLM, en fonction des paramètres du procédé. La texture cristalline résultant du SLM étant centrale dans notre étude, elle fera l'objet du paragraphe suivant.

I.2.1. L'Inconel 625

➤ Présentation générale :

Les superalliages à base de Nickel - parfois appelés alliages à haute performance (High Performance Alloys)- regroupent un grand nombre de nuances, parmi lesquelles les Incoloy, les Nimonic, les Monel, les Duranickels, etc. [35]. Faisant partie de cette famille, les Inconels sont une marque déposée du groupe d'entreprises Special Metals Corporation. Ils sont connus pour leur bon compromis entre résistance à la chaleur, résistance à la corrosion à haute température, ténacité et résistance pour les applications les plus exigeantes [36,37].

L'Inconel 625 -connu aussi sous les appellations IN-625, VDM Alloy 625, Haynes 625, Nickelvac

625, Nicrofer 6020, Altemp 625 ou Chronic 625- a été développé dans les années 60 [30-32] pour répondre à un besoin du marché des centrales électriques à vapeur supercritique. Les propriétés recherchées étaient alors la soudabilité et la résistance au fluage. Sa fenêtre de composition chimique est indiquée dans le Tableau 1. Il est à la base du développement de plusieurs nuances similaires - dont l’Inconel 718- (Figure 11) toutes durcies par précipitation d’une phase dite γ'' (voir plus loin) grâce à l’ajout de niobium.

Tableau 1 : Gamme de composition chimique de l’Inconel 625 (valeurs minimales et maximales en pourcentages massiques) [38]

Al (aluminum)	0	-	0,4	%
C (carbon)	0	-	0,1	%
Co (cobalt)	0	-	1	%
Cr (chromium)	20	-	23	%
Fe (iron)	0	-	5	%
Mn (manganese)	0	-	0,5	%
Mo (molybdenum)	8	-	10	%
Nb (niobium)	1,5	-	2	%
Ni (nickel)	58	-	69	%
P (phosphorus)	0	-	0,015	%
S (sulfur)	0	-	0,015	%
Si (silicon)	0	-	0,5	%
Ta (tantalum)	1,5	-	2	%
Ti (titanium)	0	-	0,4	%

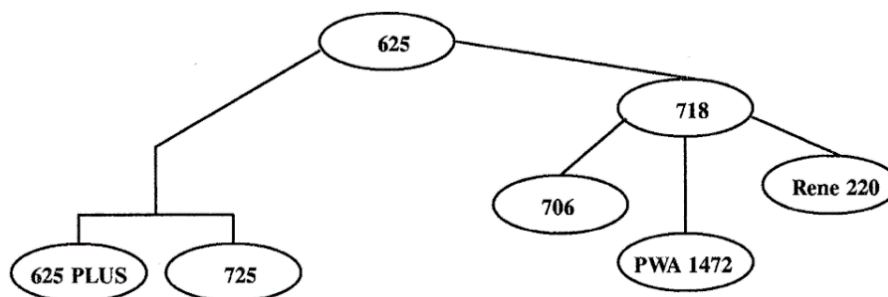


Figure 11 : famille des superalliages développés à partir de l’Inconel 625 [30]

L’Inconel 625 est capable de fonctionner dans une large gamme de températures allant de la cryogénie à 800 °C. Il présente une ductilité plus grande que les aciers inox, tout en ayant une excellente résistance au fluage et à la corrosion dans les environnements difficiles, grâce notamment à la présence d’une forte proportion de chrome qui permet de passiver la surface à haute température par une couche de CrO_2 . Il possède aussi une très bonne résistance à la fissuration sous fortes contraintes. Il présente en outre une excellente soudabilité -meilleure par exemple que celle de l’Inconel 718. Il est d’ailleurs aussi utilisé comme alliage de brasure en raison de sa capacité à tolérer la dilution d’autres éléments venant des pièces à assembler. Pour toutes ses raisons, l’Inconel 625 est actuellement utilisé dans de nombreux secteurs industriels [39,40], dont les principaux sont l’aéronautique [41], le nucléaire [9] et les applications marines et sous-marines [42].

➤ Microstructure standard :

L’Inconel 625 est constitué une phase majoritaire (matrice) appelée γ , de structure cristallographique cubique à faces centrées désordonnée [40]. La présence d’éléments en substitution (surtout Mo mais aussi Co, Fe, Mn, Ta) crée une distorsion du réseau qui produit un durcissement par solution solide. Le durcissement principal est cependant obtenu par un traitement thermique aux alentours de 650°C qui favorise la précipitation cohérente d’une phase ordonnée nanométrique, appelée γ'' , de base Ni_3Nb et de structure quadratique centrée. Cette phase n’est stable que jusqu’à environ 750°C (cf. TTT de la Figure 12). A haute température, elle est remplacée par la structure d’équilibre du composé

Ni_3Nb , appelée phase δ , de structure orthorhombique incohérente, dont les dimensions sont plus grossières et la forme aciculaire. La phase δ est plutôt fragilisante, mais une petite fraction aux joints de grains est bénéfique pour stabiliser la structure pendant les traitements de mise en forme à haute température. Des carbures, principalement de type MC, sont également présents en petite quantité aux joints de grains γ . La Figure 13 montre quelques microstructures pour illustrer ces différentes phases et le Tableau 2 indique leurs principales caractéristiques cristallographiques. La Figure 12 indique aussi la possibilité d'apparition de phases de Laves à haute température. Ces dernières, de type M_2M' avec $M=Fe, Cr, Co, Mn$ et/ou Si et $M'=Mo, Ti, Ta$ et/ou Nb , sont très fragilisantes. Elles n'apparaissent cependant généralement qu'après des temps de service très longs à haute température, dans des zones présentant une ségrégation de solidification en éléments lourds. A noter que les temps de transformation dépendent assez fortement de l'état initial d'écrouissage de l'alliage.

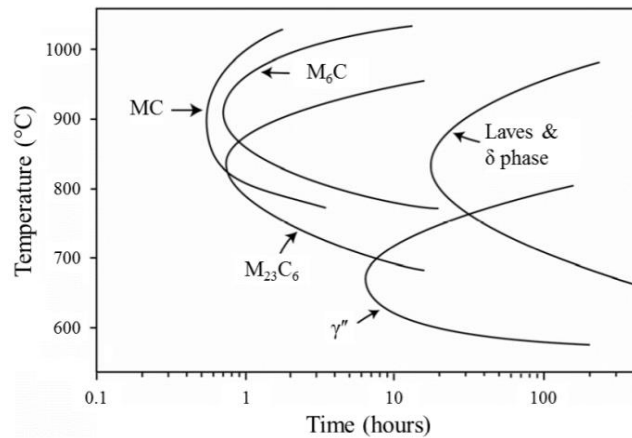


Figure 12: Diagramme temps-température-transformation (TTT) de l'Inconel 625 [43]

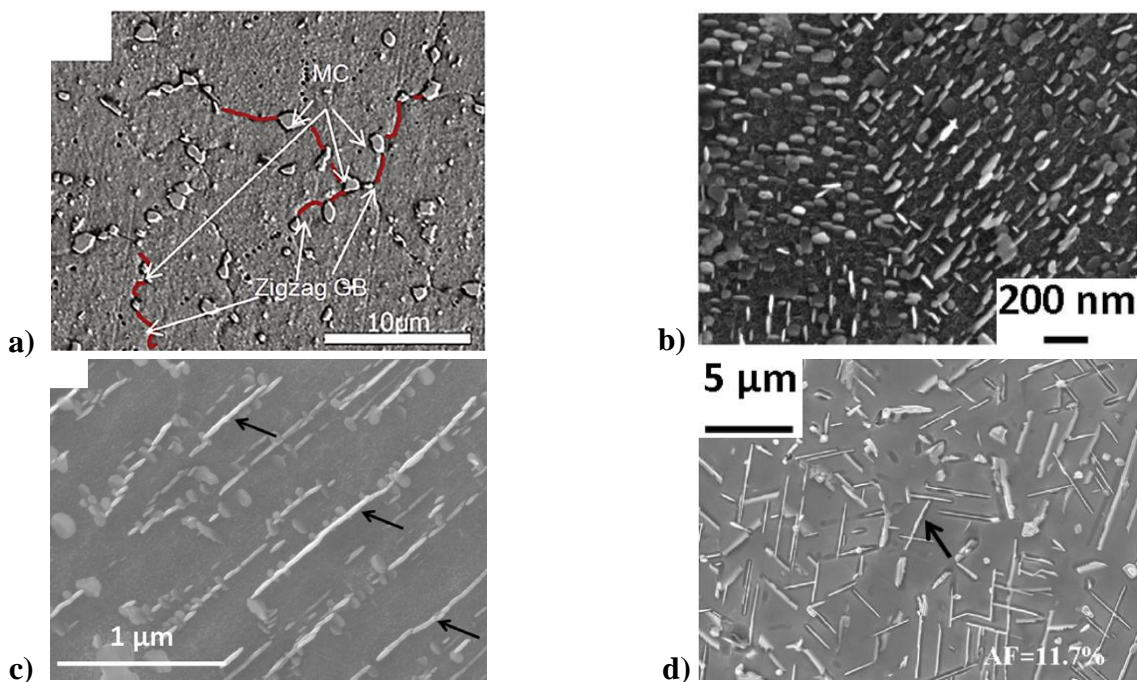


Figure 13 : Observation à différentes échelles et après différents traitements de la microstructure de l'alliage Inconel 625 ; a) carbures MC aux joints de grains γ [44] ; b) phase γ'' après 2000h à 650°C [45] ; c) transformation de la phase γ'' en phase δ pendant un maintien à 800°C et d) phase δ après 100h à la même température [38]

Tableau 2 : Les différentes phases pouvant être présentes dans l’Inconel 625 [46]

Nom de la phase	Composition chimique	Structure cristallographique	Paramètres de maille (ou plage)	Propriétés et commentaires
Gamma	Composition chimique de l’alliage	cfc désordonnée	a= 3.60167 Å [47]	Matrice
Gamma seconde	Ni ₃ Nb	Tétragonal centré (tc)	a = 0.3624 nm c = 0.7406 nm	Précipitation
Delta	Ni ₃ Nb	Orthorhombique	a = 0.3624 – 0.511 nm b = 0.421– 0.4251 nm c = 0.452– 0.4556 nm	Précipitation
Carbures	MC	--	--	Présents en fin de solidification

I.2.2. Microstructures caractéristiques des pièces issues du SLM

Le superalliage Inconel 625 a été un des premiers alliages à base de Ni à être élaboré avec succès par fabrication additive [48,49]. Cela s’explique par son intérêt industriel et par le fait qu’il était déjà mis en forme par compaction à chaud à l’arrivée de ce nouveau procédé. Des poudres de bonne qualité étaient donc déjà disponibles. De plus, les alliages présentant une bonne soudabilité se prêtent bien à ces nouveaux procédés car ils résistent bien à la fissuration à chaud sous contraintes d’origine thermique.

➤ Phases présentes :

On trouve peu d’études à fine échelle des phases présentes à l’état brut de fabrication additive dans l’Inconel 625. Les conditions de refroidissement étant très rapides, il est souvent indiqué que le matériau se trouve à l’état de solution solide γ en fin de traitement. A notre connaissance, les seules études reportant l’apparition de phase δ , voire d’eutectique γ /phases de Laves, concernent des dépôts par projection de poudre pour lesquels les énergies apportées, les tailles de bain de fusion et les temps de solidification sont plus élevés [50,51]. Les travaux de la littérature portent plutôt sur l’évolution ultérieure du matériau au cours de maintiens isothermes (ex. [48,52–54]). Dans ce cas on retrouve bien l’apparition des phases décrites plus haut. Cependant, les cinétiques de transformation sont généralement plus rapides que celles de la Figure 12, ce qui est attribué à la présence de contraintes internes et/ou de dislocations dans la structure brute de fabrication [52].

➤ Bains de fusion :

Les vingt dernières années ayant été consacrées au développement puis à l’optimisation des procédés de fabrication additive, la majorité des études métallurgiques disponibles se sont plutôt intéressées à la structure des couches et des bains de fusion successifs, ainsi qu’à la qualité finale des pièces (présence de porosités et anisotropie de comportement mécanique). A cette échelle ‘mésoscopique’, la microstructure issue du SLM est caractérisée par la trace des ex-bains de fusion (ou cordons de lasage) qui marquent la trajectoire du laser sur une même couche et sur des couches successives. Un exemple typique est présenté dans la Figure 14.a [55], correspondant à un Inconel 718 construit avec une stratégie de balayage classique, par allers-retours en zig-zag, tournés de 90° entre chaque couche (cf. Figure 10). Les coupes XZ et YZ, ainsi que la Figure 14.b [16] montrent l’allure typique des bains de fusion resolidifiés. La coupe XY illustre également le fait que le balayage a été réalisé en damiers. Selon les auteurs, le contraste net entre différents cordons est attribué soit à des variations locales dans la taille et l’orientation des structures de solidification (voir ci-dessous), soit à la présence d’une fine couche d’oxyde ou de chapelets de précipités γ'' ou δ à l’interface entre couches. La Figure 14 illustre que -pour des conditions de lasage constantes- la forme, la largeur et la hauteur des cordons de lasage varient fortement sur un même plan de coupe. A fortiori, elles dépendent bien sûr également

des paramètres du procédé. Leurs dimensions varient typiquement entre 75 et 150 μm pour la largeur et entre 50 et 100 μm pour la hauteur. On notera que, du fait du recouvrement des couches, il n'est pas facile de déterminer clairement la forme et les dimensions réelles des bains. Pour une mesure plus précise, on a recours à des observations, soit de la dernière couche déposée en surface supérieure des pièces, soit de cordons obtenus par un seul passage du laser sur une plaque initialement solide.

Les micrographies de la Figure 15, prises perpendiculairement à la direction de lasage dans le cas d'un balayage sans rotation entre couches, illustrent deux observations typiques faites sur pièces brutes de SLM. D'une part des structures en chevrons (ou « en V ») visibles sur la Figure 15.a. L'angle des « V » dépend de la vitesse de balayage laser. Plus elle est élevée, plus le bain de fusion est étroit et plus l'angle est petit. On verra au §. I.3 que cette structure est liée à la croissance des grains pendant la solidification. D'autre part, la Figure 15.b, ainsi que la Figure 14.a, mettent en évidence l'existence de grains allongés dans la direction de fabrication (Z) et dont la longueur est largement supérieure à la profondeur moyenne des bains de fusion. Cette observation est reportée par un grand nombre d'auteurs. Elle prouve que certains grains peuvent croître à travers plusieurs couches successives, malgré les processus de refusion/re-solidification mis en jeu. Ce point sera également discuté dans la partie Textures de ce chapitre.

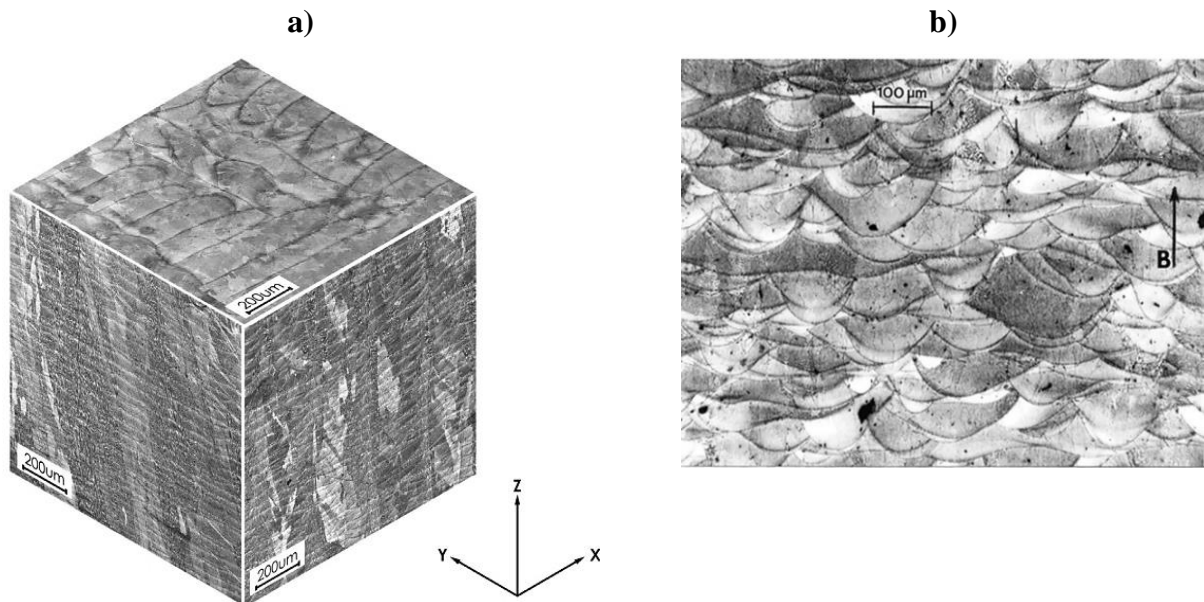


Figure 14 : a) Microstructure de l'Inconel 718 à l'état brut de SLM selon trois plans perpendiculaires. [55] ; b) Image de couches successives observées selon un plan de type XZ ou YZ [17]

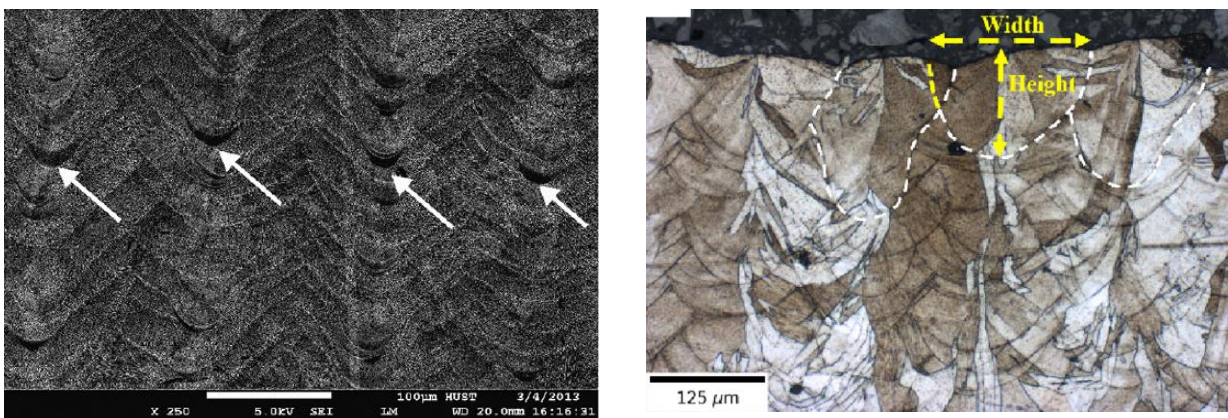


Figure 15: Micrographies de cordons de lasage prises perpendiculairement au sens de passage du laser dans le cas d'un balayage sans rotation entre couches ; a) image MEB sur Inconel 625 [44] et b) image MO sur Inconel 718 [56]

Pour terminer la caractérisation de la microstructure à cette échelle, on notera que -bien que le procédé SLM permet à présent d'atteindre des densités de pièces très proches de la densité théorique de l'alliage, la présence de porosités est tout de même régulièrement observée dans la littérature. La fraction, la taille et la forme de ces porosités dépendent des paramètres du procédé. Ce point sera discuté plus loin.

➤ Structures de solidification

On observe que les structures polycristallines issues de SLM sont beaucoup plus fines que celles provenant des procédés classiques de mise en forme par déformation plastique. Elles sont également plus fines que celles produites par d'autres technologies de fabrication additive par fusion laser, telles que la technologie de fabrication directe au laser ou le CLAD [57]. Dans ce second cas, cette plus grande finesse est attribuée au fait que les densités d'énergie apportées localement étant plus faibles (cf. Figure 7), les dimensions des bains de fusion sont réduites et les gradients thermiques aux interfaces solide/liquide plus forts.

Une structure intragranulaire typique d'un alliage de Ni brut de SLM est représentée Figure 16, à deux grandissements différents. On note la présence d'hétérogénéités chimiques qui sont systématiquement observées dans la littérature [44,48,49]. Elles résultent du rejet dans le liquide en cours de solidification des éléments chimiques dont les coefficients de partage entre solide et liquide sont faibles (microségrégations de solidification). Il s'agit surtout du Nb et du Mo, éléments lourds, ce qui explique que les zones de fin de solidification apparaissent plus claires dans les images de microscopie à balayage en mode rétrodiffusé. Suivant les articles, ces structures de solidification sont qualifiées de dendritiques ou de cellulaires. Elles sont en tout cas très fines (périodicité de l'ordre du micron), avec des bras secondaires très courts voire inexistantes. Ceci s'explique de nouveau par les forts gradients thermiques présents à l'interface solide/liquide. Sur la Figure 16.b, on observe clairement la continuité de la structure de solidification entre deux ex-bains de fusion successifs, ce qui confirme la propagation de grains à travers plusieurs couches. La Figure 16 illustre une autre tendance reportée dans beaucoup d'articles : les structures de solidification apparaissent majoritairement orientées dans la direction de fabrication. Cette tendance est souvent expliquée qualitativement par le fait que, le refroidissement s'effectuant principalement par conduction dans le solide déjà formé, les gradients thermiques doivent globalement être orientés dans la direction Z et que les cellules/dendrites se développent parallèlement à ce gradient. Cette explication doit cependant être pondérée, d'une part parce que les gradients thermiques locaux sont beaucoup plus complexes et varient selon la position dans le bain de fusion du bain de fusion. D'autre part, l'alignement des dendrites/cellules dans la direction du gradient se fait via un mécanisme de compétition de croissance entre grains sur des distances qui peuvent être supérieures à la profondeur des grains.

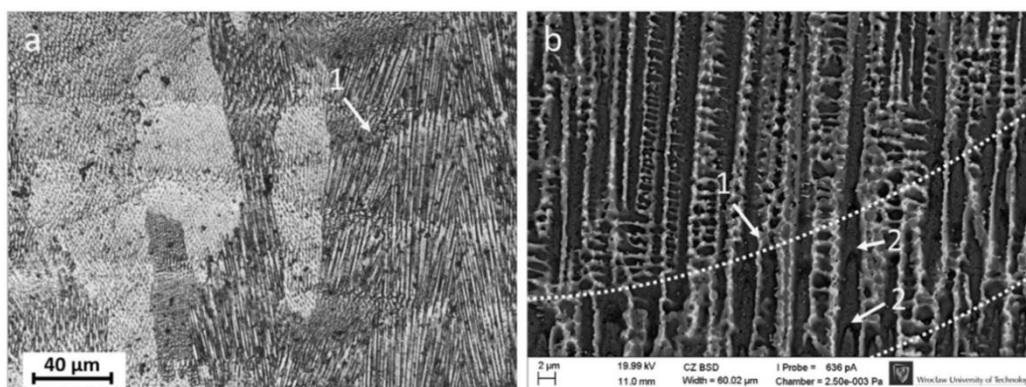


Figure 16: Microstructure brute de SLM observée à deux échelles et montrant l'allure typique des microségrégations intragranulaires [55] ; les flèches 1 indiquent une transition entre deux cordons, les flèches 2 pointent des traces de ségrégation aux extrémités des dendrites ; la direction de fabrication Z est verticale

Notons enfin que nous n'avons pas trouvé de travaux reportant de la recristallisation dynamique (recristallisation en cours de fabrication sous l'action des contraintes d'origine thermiques) comme parfois observé pour des procédés de dépôt direct [60,61].

1.2.3. Influence des paramètres du procédé sur les porosités

Dans beaucoup d'études, l'amélioration de la 'qualité métallurgique' des pièces de SLM a consisté à optimiser les paramètres du procédé de façon à se rapprocher au maximum de la densité théorique du matériau, c'est-à-dire à réduire le nombre et la fraction des porosités présentes à l'état brut de fabrication. Dans le cas des alliages de nickel, on atteint à présent -dans des conditions de fabrication maîtrisées- des taux de porosités de l'ordre du pourcent. Sur certaines pièces aéronautiques sensibles, la fabrication additive peut être complétée par une étape de compaction isostatique à chaud (CIC). L'avantage du procédé SLM est que -sauf mauvais étalement du lit de poudre ou fissuration à chaud- les porosités résiduelles ont une taille généralement bien inférieure aux dimensions des bains de poudre (quelques μm) et qu'elles sont disséminées dans l'ensemble du volume de la pièce. Ces porosités peuvent avoir 3 origines, associées à des formes et des répartitions différentes (Figure 17) :

- Porosités provenant des poudres : L'atomisation utilisée pour fabriquer les poudres métalliques a lieu sous atmosphère neutre. Des bulles de gaz peuvent être piégées pendant l'opération, surtout dans les particules de plus gros diamètres. Libérées par la fusion (Figure 17.a), drainées par les mouvements du bain liquide, elles peuvent éventuellement coalescer avant d'être repiégées à la solidification. Ces porosités sont généralement de forme sphérique et localisées au cœur des cordons de lasage (Figure 17.b).
- Porosités dues à un manque de fusion : si l'énergie apportée localement par le faisceau laser n'est pas suffisante pour créer un bain de largeur (ou de profondeur) supérieure à la distance entre lignes (à la distance entre couches), il subsistera dans la pièce finale des cavités associées à des particules de poudre non complètement fondues (Figure 17.c). Ces porosités sont localisées entre les cordons et présentent des formes irrégulières.
- Porosités dues à une instabilité du bain de fusion (effet 'keyhole') : au contraire, si l'énergie apportée est très importante, le laser pénètre profondément dans le matériau et la section du bain de fusion adopte une forme caractéristique 'en clou' ou en 'trou de serrure' (keyhole). Le bain de fusion devient instable (ébullition et mouvement turbulent du liquide), des gouttes de métal peuvent être éjectées (spatters ou ejectas) et des bulles du gaz de protection peuvent être piégées dans le liquide. A la solidification, ces bulles donnent des porosités également plutôt sphériques et localisées au milieu des bains de fusion (Figure 17.d). Elles ont donc des caractéristiques proches de celles provenant des poudres. La discrimination peut se faire par la forme des cordons de lasage. On considère généralement que l'on passe en 'régime de keyholing' (ou régime turbulent) quand la profondeur du bain devient supérieure à sa largeur [62]. Dans le cas contraire, on parle de 'régime de convection'.

Les paramètres du procédé SLM ont peu d'influence sur la fraction de porosités provenant des poudres. L'élimination des gros grains de poudres permet de la limiter. Ce filtrage est aussi nécessaire pour pouvoir travailler avec de fines épaisseurs de couches. Par contre, beaucoup de travaux sur divers matériaux ont montré l'existence d'une fenêtre optimale de traitement permettant de minimiser la fraction des porosités provenant des deux autres phénomènes [19, 40, 50-53, 56-58]. Une trop forte vitesse ou une trop faible puissance du laser conduisent à des infondus, alors que la tendance inverse favorise l'effet keyhole. En pratique, pour un matériau et un équipement donné, la bonne fenêtre de traitement est recherchée en faisant varier systématiquement la vitesse et la puissance du laser et en vérifiant la qualité métallurgique des pièces par mesure de densité, microscopie quantitative ou - lorsque disponible- par tomographie des rayons X [64,65]. La Figure 18 donne un exemple d'une telle cartographie des paramètres dans le cas d'un Inconel 625 élaboré avec une machine EOS M270 [66]. Dans cette étude, les observations ont également montré que la fenêtre de traitement optimal conduisait à un bain de fusion de largeur moyenne égale à environ 20-30 μm .

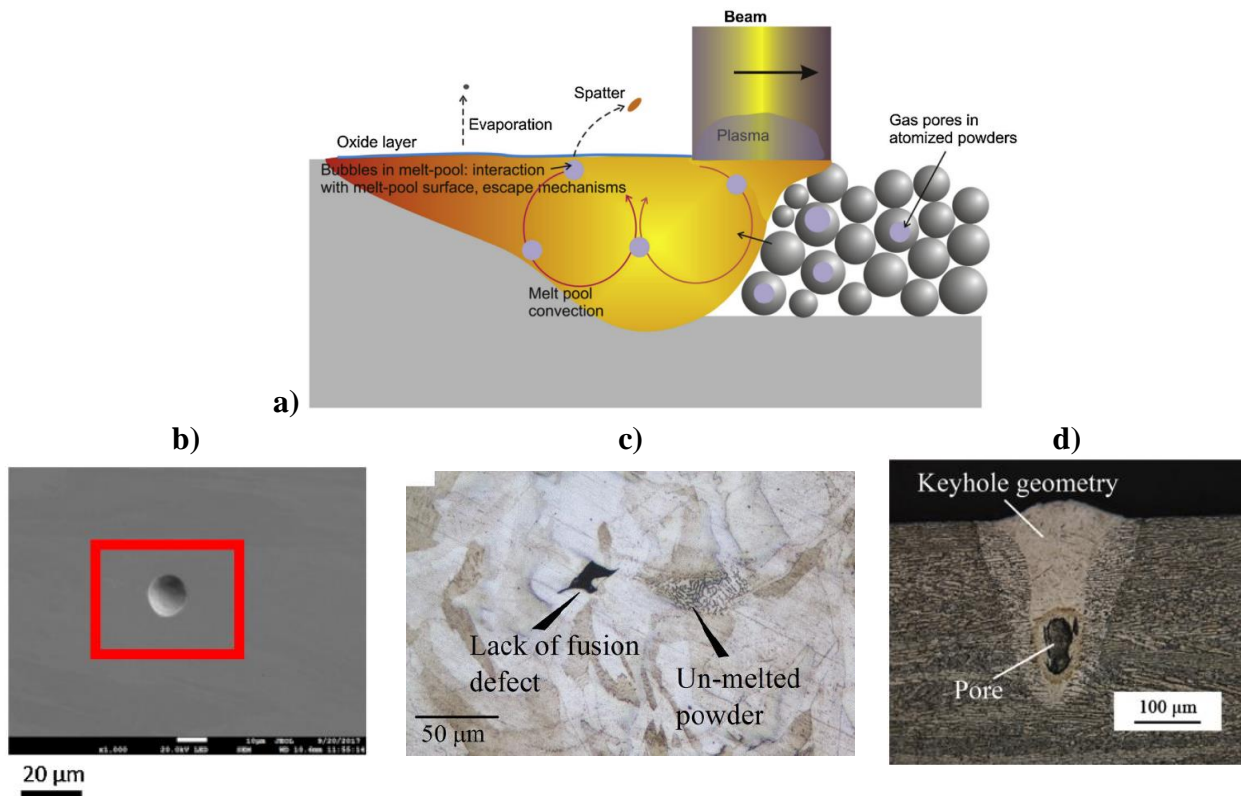


Figure 17 : a) Schéma des phénomènes se produisant durant le procédé SLM [67] ; b) porosité attribuée à du gaz inclus dans la poudre [68] ; c) porosité associée à un manque de fusion des poudres [69]; d) cordon de lasage en forme de 'keyhole' avec porosité [70]

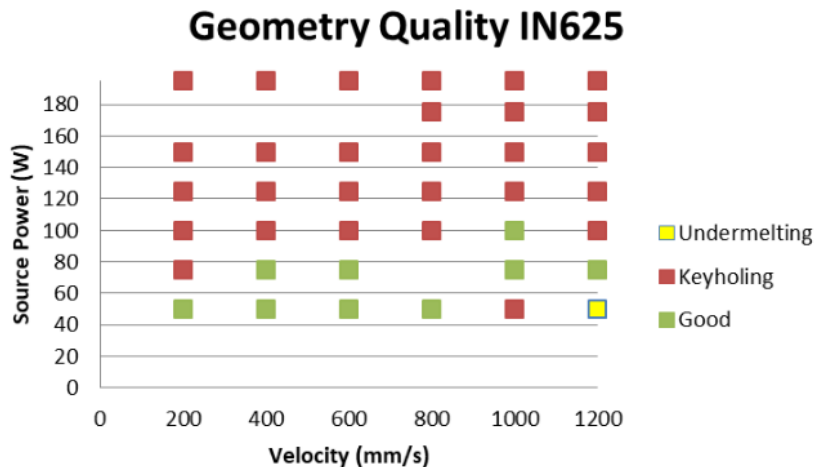


Figure 18: Carte Puissance-Vitesse de la qualité métallurgique de la géométrie d'une pièce en Inconel 625 faite par SLM [66]

En fait, c'est la densité d'énergie apportée localement par le laser (§. I.1.3) et les propriétés thermiques (conductivité) et thermodynamiques (chaleur latente de fusion) du matériau qui déterminent les dimensions du bain de fusion. Ces dernières doivent être adaptées à l'épaisseur des couches et à la distance entre lignes (hatching distance) qui, elles, déterminent la productivité du procédé. Tous ces paramètres sont donc interdépendants. Dans une moindre mesure, le plan de focalisation du laser -i.e. le diamètre du faisceau- et la nature de la poudre -qui joue sur le rendement d'absorption de l'énergie du laser- devraient également être pris en compte. A notre connaissance, aucune étude n'a traité tous ces paramètres ensemble (cf. Figure 19 pour un exemple d'étude de l'influence de la distance entre lignes [71]) et aucun modèle de prédiction des dimensions du bain tenant compte de leurs interactions n'est encore disponible.

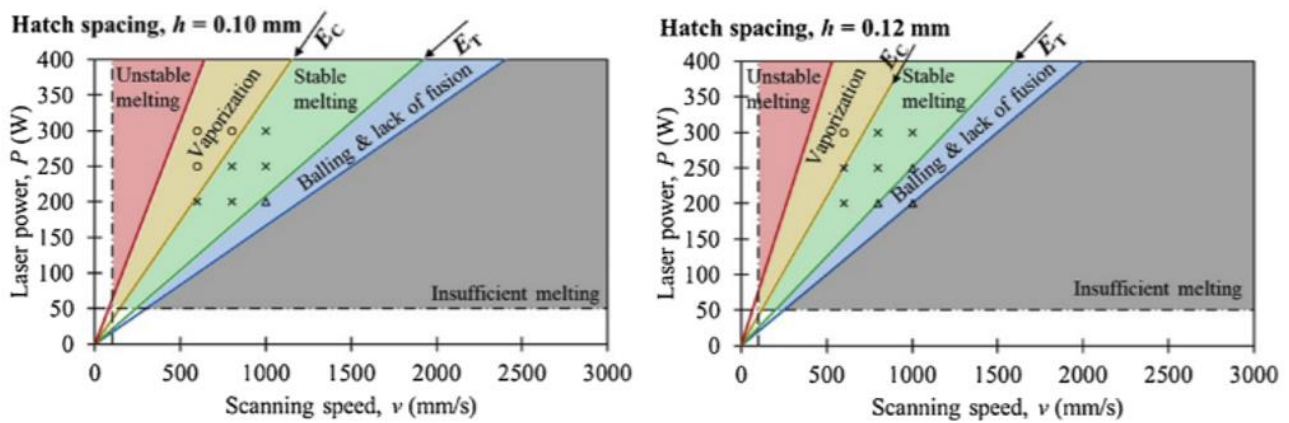


Figure 19 : Evolution de la fenêtre de fabrication SLM d'un alliage Invar 36 pour deux distances entre lignes différentes [71]

A paramètres opératoires constants, la densité d'énergie peut même varier localement en fonction de la stratégie de lasage. Ceci a été mis en évidence par Martin et al [72] qui ont suivi -par transmission des RX de haute puissance- la forme du bain de fusion pendant le trajet aller-retour d'un faisceau laser. On voit clairement (cf. Figure 20) que le temps de latence associé au changement de trajectoire du faisceau est suffisant pour passer ponctuellement d'un régime de convection à un régime de keyhole, qui se traduit par l'apparition de porosités. Cette observation illustre le fait que le contrôle des conditions opératoires doit être extrêmement précis pour obtenir des pièces de bonne qualité.

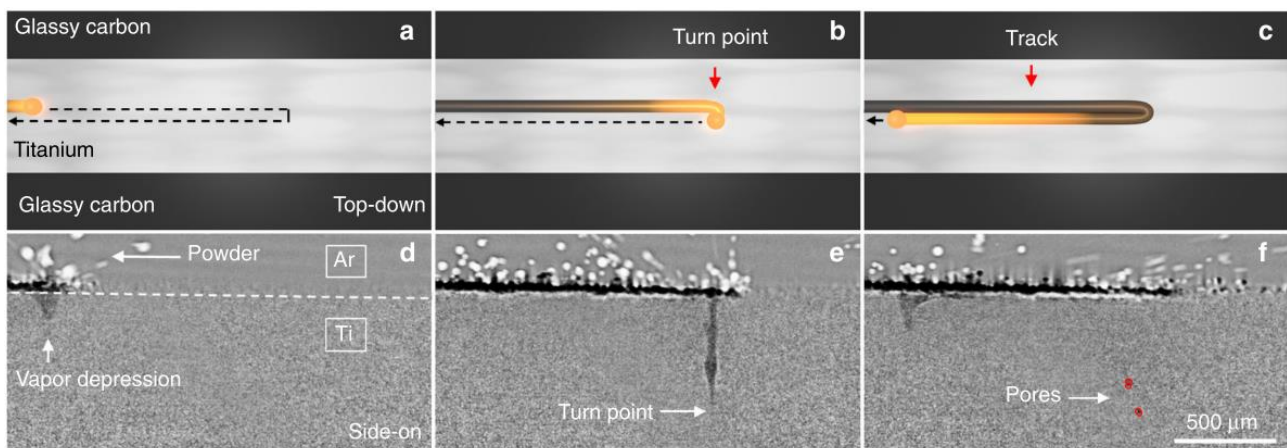


Figure 20 : Apparition d'un effet keyhole dans une zone de changement de direction du faisceau laser lors de la fusion/resolidification de l'alliage de titane Ti-6Al-4V [72]

I.3. Textures cristallines issues du SLM - Influence des paramètres du procédé

I.3.1. Variété des textures et croissance de grains

Les procédés de fabrication additive sont fortement anisotropes par nature. En conséquence, beaucoup de travaux ont mis en évidence que les pièces brutes de fabrication présentaient des comportements en traction différents si la sollicitation était appliquée dans la direction de construction ou dans une direction contenue dans le plan de dépôt. Après l'élimination des porosités, la réduction de cette anisotropie mécanique est d'ailleurs souvent le second objectif d'optimisation des procédés. Les différences en termes de résistance ou d'allongement ultimes (R_m et $A\%$) sont généralement attribuées à l'existence de défauts (pores, oxydes, précipités) sur les liserés entre couches successives, la direction de construction Z étant souvent moins bonne que les directions X ou Y. Pour la limite d'élasticité, les différences sont moins marquées. Dans la littérature, elles sont plutôt reliées, soit à l'existence de contraintes résiduelles anisotropes dans les pièces, soit à la morphologie allongée des grains (cf. plus haut) soit à l'existence d'une texture cristalline -ces deux phénomènes étant liés comme nous le verrons plus loin. Très peu de travaux ont été spécifiquement

dédiés à la caractérisation du comportement élastique (module d'Young et coefficient de Poisson) de pièces de FA, comme nous l'aborderons dans cette thèse.

Beaucoup d'études mettent en évidence l'existence d'une anisotropie cristalline plus ou moins marquée dans les pièces de fabrication additive, ainsi que la sensibilité de cette texture aux conditions opératoires. Un exemple très souvent cité car spectaculaire est l'étude de DeHoff et al. [73] illustrée Figure 21. Ces auteurs ont en effet réalisé une pièce de démonstration en Inconel 718 à l'aide de la technique de fusion de poudre par faisceau d'électrons (EBM). Sur une même couche, des conditions de balayage différentes ont été utilisées pour construire trois zones distinctes de la pièce. Par analyse EBSD (voir présentation plus précise de la technique au Chap. II), DeHoff et al. ont clairement illustré que ces différences conduisaient à des anisotropies cristallines plus ou moins marquées : sur la Figure 21.b, les zones rouges présentent une structure polycristalline dont la majorité des grains sont orientés avec une direction $\langle 100 \rangle$ proche de la direction de construction (direction Z dans notre thèse), alors que les zones arc-en-ciel sont plus isotropes.

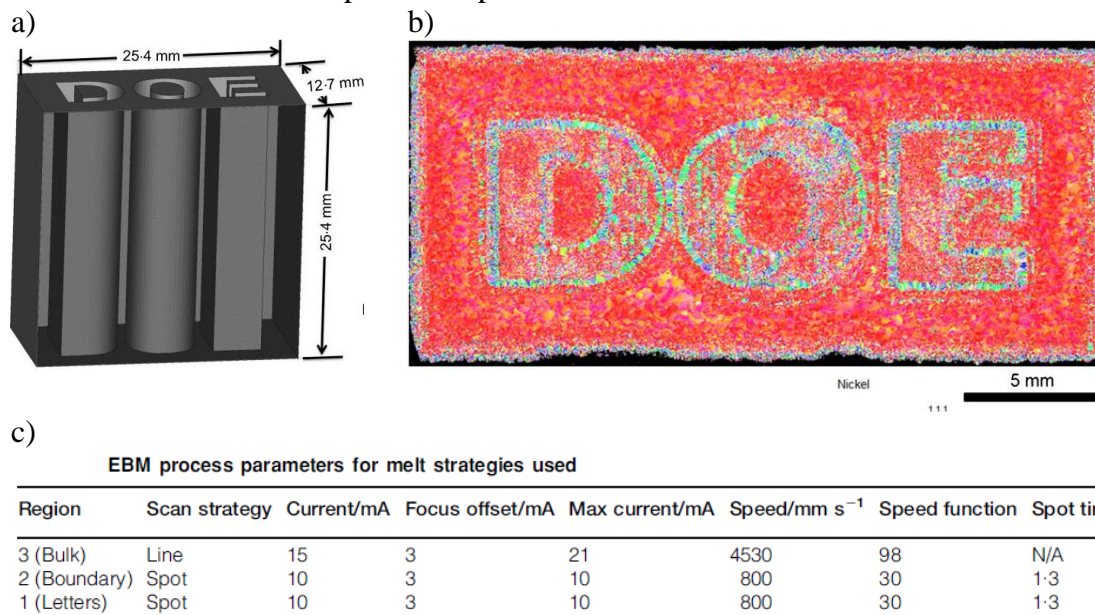


Figure 21: a) Pièce de démonstration en Inconel 718 réalisée avec trois conditions de balayage différentes, référencées en c), pour le fond (Bulk), le contour des lettres (Boundary) et le remplissage des lettres (Letters) ; b) Carte EBSD indiquant les orientations préférentielles des grains dans les différentes parties [73] ; voir texte pour plus de détails.

Pour des matériaux de symétrie cubique et dans le cas le plus courant d'un dépôt des couches par balayage régulier de la source de chaleur (cas 'Bulk' de la Figure 21), l'analyse bibliographique fait ressortir que les techniques de dépôt direct ou l'EBM conduisent effectivement le plus souvent à des textures de type $\langle 100 \rangle // Z$ plus ou moins marquées. Dans le cas du SLM, les résultats paraissent plus dispersés, voire contradictoires, et les textures semblent être beaucoup plus dépendantes des conditions opératoires. Une illustration est donnée dans la Figure 22, où sont reportées des cartes EBSD extraites de trois études différentes sur des alliages métalliques cubiques élaborés par SLM avec des paramètres laser et des stratégies de lasage différentes. Dans ces exemples, les trois cartes présentées indiquent les orientations cristallines locales parallèles à la direction de construction Z, en utilisant le code de couleurs reporté dans la légende (représentation 'en IPF-Z' comme expliqué au Chap. II). Dans la suite de ce chapitre, nous utiliserons toujours ce code, sauf si précisé. Ces cartes mettent en évidence des distributions d'orientations très différentes : la Figure 22.a montre ainsi une prédominance de l'orientation $\langle 100 \rangle // Z$ (teintes rouge-orangé dans notre code) similaire à celle de la zone Bulk de la Figure 21, alors que la Figure 22.b affiche une texture nettement de type $\langle 101 \rangle // Z$ (teintes vertes) et que la Figure 22.c suggère un matériau plus isotrope.

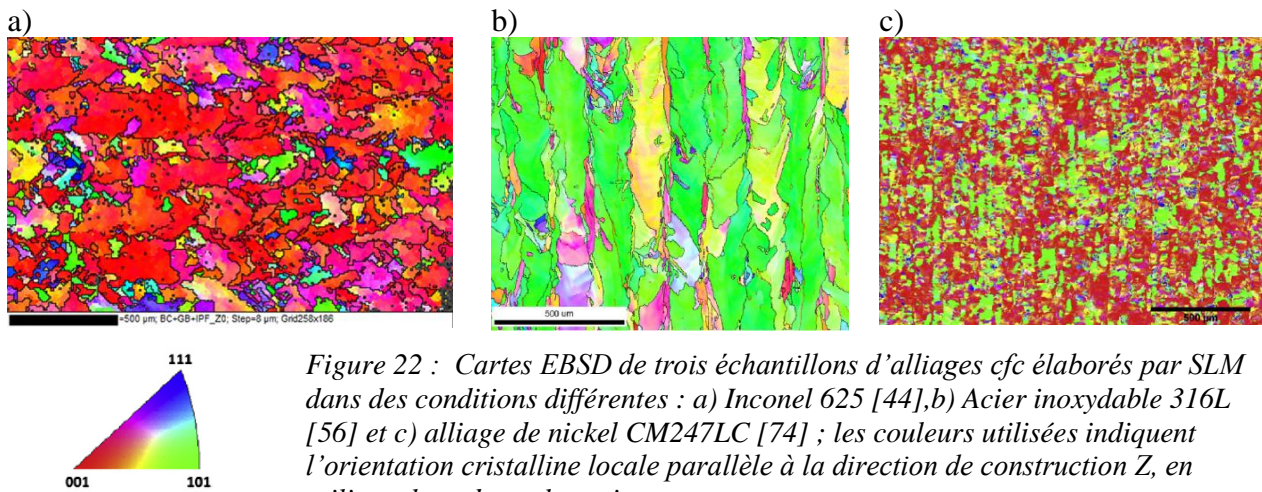


Figure 22 : Cartes EBSD de trois échantillons d'alliages cfc élaborés par SLM dans des conditions différentes : a) Inconel 625 [44], b) Acier inoxydable 316L [56] et c) alliage de nickel CM247LC [74] ; les couleurs utilisées indiquent l'orientation cristalline locale parallèle à la direction de construction Z, en utilisant le code couleur ci-contre

Il est difficile de synthétiser les nombreuses observations de la littérature sur les textures développées par SLM en fonction des conditions opératoires. D'une part les informations précises sur ces conditions manquent parfois, quand ce n'est pas la direction des IPF qui fait défaut. D'autre part - comme il a été dit plus haut- beaucoup de paramètres expérimentaux sont influents, et les études systématiques de leur effet sur les textures cristallines sont rares. Enfin, il faut rappeler que pour les alliages subissant une (ou des) transformation(s) à l'état solide (ex. aciers, all. de titane, ...), les textures brutes de solidification peuvent être 'gommées' au retour à température ambiante. Dans la suite de cette partie, nous allons tenter une analyse en reprenant les principaux paramètres identifiés au §. I.1.1, et en nous limitant aux alliages de structure cfc conservée de la solidification jusqu'à la température ambiante.

Avant de discuter de l'influence des paramètres, il est important de noter que la présence de textures cristallines est le plus souvent liée à l'observation de grains allongés dans la direction de construction Z et dont la longueur est largement supérieure à l'épaisseur des couches déposées (cf. Figure 23). Ces grains ont déjà été signalés au §.I.2.2 (cf. Figure 15.b). L'analyse EBSD montre que leur orientation cristalline est souvent de type $\langle 100 \rangle // Z$. Une explication rapide généralement donnée est que les gradients thermiques présents dans la pièce en cours de construction sont globalement parallèles à la direction Z, ce qui favorise la croissance des grains dont une orientation $\langle 100 \rangle$ est proche de Z, par un mécanisme de sélection bien connu en solidification des alliages de symétrie cubique [75,76]. Ce raisonnement fait cependant l'impasse sur le fait que les gradients thermiques locaux sont beaucoup plus complexes au voisinage d'un cordon de lasage, que les mécanismes de sélection demandent des distances plus grandes que l'épaisseur des couches déposées et que la croissance colonnaire de grains nécessite donc qu'ils « survivent » à des refusions/re-solidifications successives. Assez peu d'études se sont intéressées aux mécanismes de sélection d'orientations cristallines à l'échelle du cordon de lasage [56,77]. La plupart ont été publiées après le démarrage de cette thèse (90% des articles référencés sur « selective laser melting » AND « texture* » sont postérieurs à 2015). A titre d'illustration, la Figure 24 montre le lien entre les bains de fusion successifs et la structure polycristalline générée dans un acier inoxydable austénitique élaboré par SLM selon un balayage unidirectionnel par allers-retours [54]. On y retrouve la présence de longs grains parallèles à la direction de construction (BD) et de texture $\langle 100 \rangle // BD$ (rouges), ainsi que la structure caractéristique en chevrons (Figure 24.b) reportées plus haut. Le lien entre conditions de balayage et anisotropie cristalline étant un des thèmes centraux de ce mémoire, les analyses proposées par les articles traitant ce sujet seront reprises plus en détails dans les chapitres 3 et 4.

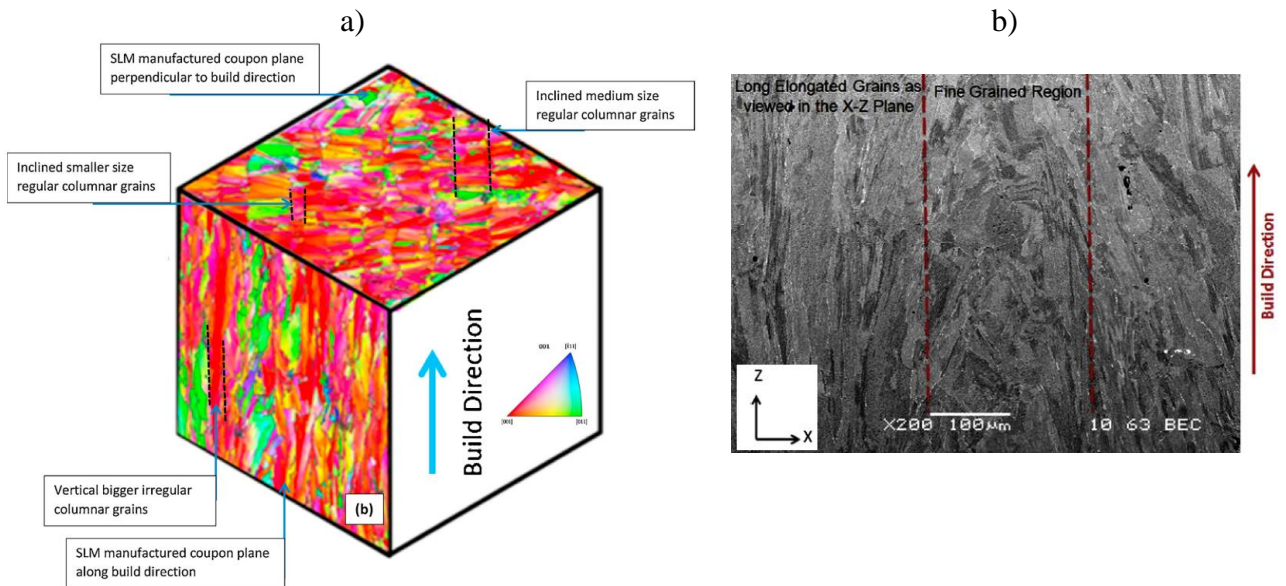


Figure 23: Illustration de la présence de grains colonnaires orientés parallèlement à direction de fabrication Z : a) cartes EBSD d'un échantillon en Inconel 625 parallèles et perpendiculaires à Z [68] ; b) image MEB montrant la coexistence de grains allongés selon Z et de grains plus équiaxes [69] dans un échantillon en acier inoxydable 316L

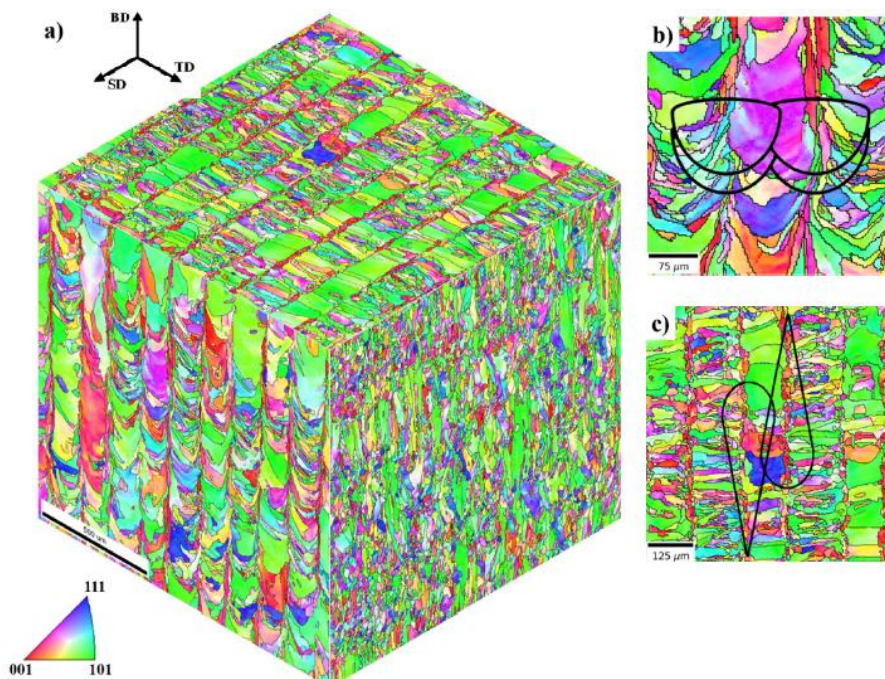


Figure 24 : Morphologie et orientation des grains dans une pièce d'acier inox 716L faite par SLM selon un balayage unidirectionnel par allers-retours ; a) Structures polycristallines selon 3 plans perpendiculaires (BD=building direction=Z) ; lien entre la position et la forme des bains de fusion et la structure polycristalline sur des plans BD-TD (b) et SD/TD (c)

I.3.2. Influence de la densité d'énergie apportée par le laser

Globalement, l'augmentation de la puissance du laser [78,79] ou la diminution de la vitesse de lasage [80] -i.e. l'augmentation de densité d'énergie apportée [16] - semblent se traduire en SLM par une augmentation de l'anisotropie cristalline des pièces, avec très souvent le développement d'une texture de type $\langle 100 \rangle // Z$ pour les alliages à symétrie cubique. De telles observations sont illustrées Figure 25 à Figure 27.

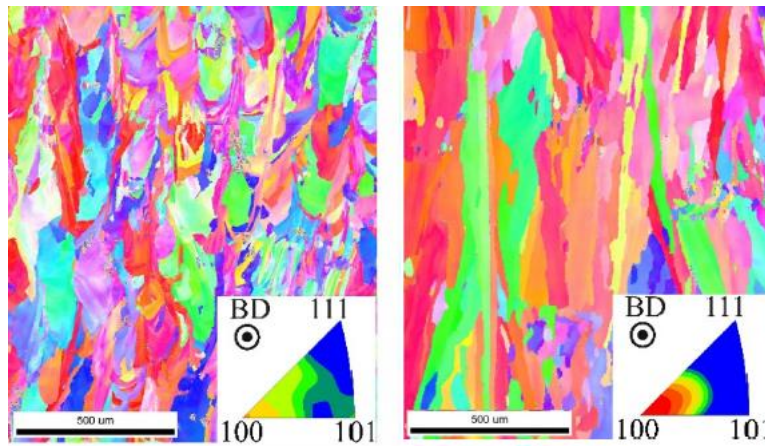


Figure 25 : Microstructure et texture cristalline de sections verticales d'un acier inoxydable 316L élaboré par SLM, avec la même stratégie de balayage (croisé à 90° entre deux couches) mais deux puissances de faisceau laser : a) 400W et b) 1000 W [79]; attention les encarts ne sont pas des IPFs mais des portions de figures de pôles (cf. Chap. II)

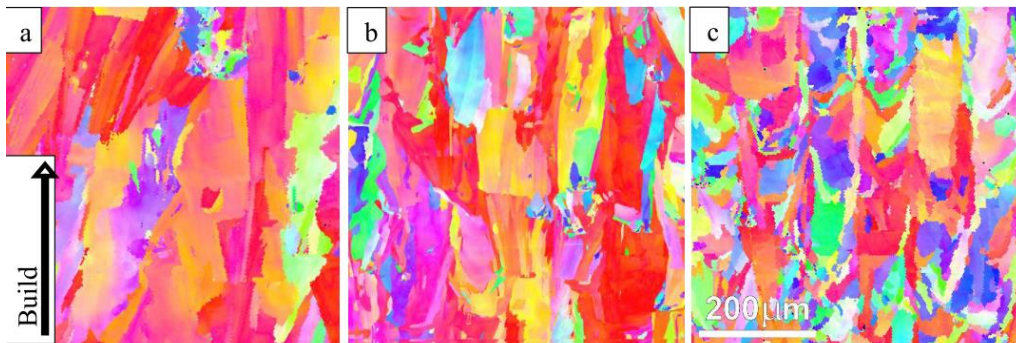


Figure 26: Evolution de la texture cristalline de l'alliage de Ni Haynes 230 élaboré par SLM avec trois densités d'énergies différentes : (a) 116 J/mm³, (b) 77 J/mm³ et (c) 66 J/mm³ [16]

Ces observations sont cohérentes avec le fait que des textures marquées $\langle 100 \rangle // Z$ sont souvent observées avec des procédés FA pour lesquels l'apport d'énergie est plus important que dans le cas du SLM. De nouveau, elles sont généralement expliquées avec l'argument que des énergies plus élevées génèrent des bains liquides plus volumineux et des gradients thermiques plus grands, ce qui a pour effet de favoriser la sélection d'orientations préférentielles. Cette explication est aussi soutenue par l'observation que les structures de solidification sont généralement plus fines pour des densités d'énergie plus élevées. Il existe cependant des contre-exemples qui suggèrent que la situation est plus complexe. Ainsi, la Figure 27, tirée des travaux de Higashi et Ozaki [80], illustre l'évolution de la texture d'échantillons SLM de molybdène pur élaborés par SLM en faisant varier la vitesse de lasage, toutes conditions égales par ailleurs. On note bien le passage d'une texture isotrope à une texture $\langle 100 \rangle // Z$ pour des vitesses décroissantes. Cependant, d'une part la texture isotrope de haute vitesse apparait ici plutôt associée à l'existence de nombreuses porosités dues à un manque de fusion, d'autre part la texture $\langle 100 \rangle // Z$ est remplacée par une texture $\langle 110 \rangle // Z$ pour les vitesses les plus basses (les densités d'énergie les plus hautes). Dans ce cas, l'explication globale donnée plus haut n'est plus valide et on doit descendre à une échelle plus fine pour discuter ce type d'observation. Des travaux plus récents essaient de relier la genèse des textures à la forme du bain de fusion, comme schématisé Figure 28. Comme ce point sera largement discuté au Chap. III, nous ne le développerons pas ici.

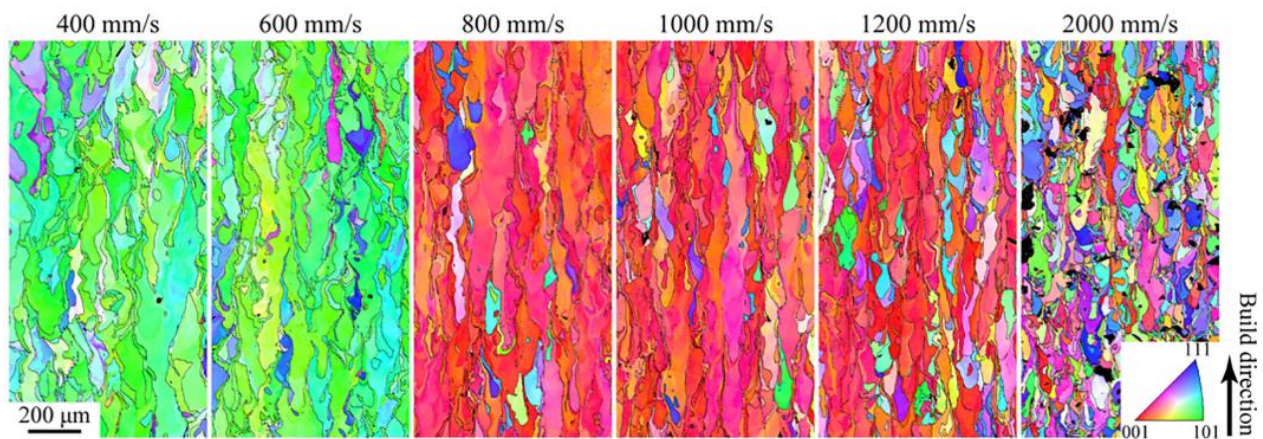


Figure 27 : a) Evolution de la texture cristalline d'une pièce en molybdène pur faite par SLM, en fonction de la vitesse de lasage utilisée (puissance du laser et stratégie de lasage constantes) [80]

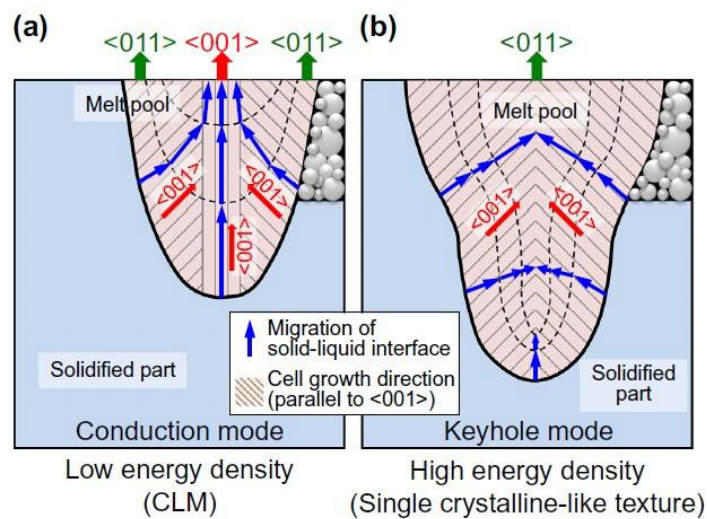


Figure 28 : Schématisation des formes de bains de fusion et des directions de croissance de cellules $\langle 100 \rangle$ justifiant la sélection d'orientations différentes dans le cas d'une fusion en régime de convection (a) ou Keyhole (b) [81]

I.3.3. Influence de la stratégie de balayage

Les fabricants de pièces en SLM ont bien sûr eu très tôt l'idée de changer les directions de lasage entre couches successives pour réduire les anisotropies microstructurales des pièces fabriquées, ce qui est rendu possible par la facilité de contrôle du faisceau laser. Si cette stratégie permet effectivement de réduire les anisotropies de propriétés mécaniques à l'état brut de fabrication, les effets sur la morphologie des grains et leurs distributions d'orientations sont parfois contradictoires. Ceci est illustré sur la Figure 29 et la Figure 30. La première montre que le fait de croiser les directions de balayage entre couches (à 90° ou 67° dans cette étude) modifie considérablement les textures tout en conservant la microstructure colonnaire, et que le balayage à 67° a tendance à affiner les grains. Geiger et al [82] ont aussi noté que le fait de tourner de 67° fait passer d'une structure cube à une structure fibre. Cet angle de 67° a été proposé par Pakkanen [83]. En effet, il s'agit d'un nombre premier impair dont 360 n'en est pas un multiple exact, ce qui permet à la direction du faisceau d'être pratiquement aléatoire d'une couche à l'autre. Sur un autre alliage cfc et avec d'autres paramètres laser, la Figure 30 suggère qu'un balayage croisé rend la microstructure plus isotrope mais conserve sensiblement la même texture, plutôt de type $\langle 110 \rangle // Z$. De telles contradictions apparentes sont assez fréquentes dans la littérature. Elles peuvent provenir d'imprécisions ou d'analyses cristallographiques insuffisantes. Par exemple, dans le cas de l'étude de Sun et al. (Figure 29 et [84]), une analyse EBSD effectuée seulement selon des plans YZ en représentant des IPF-X (cartes (a) à (c)) suggèrerait que

seul le croisement à 67° atténue la texture, alors qu'une analyse des plans XY uniquement par des IPF-Z (cartes (g) à (i)) montrerait que le croisement a un effet important, peu différent cependant entre 90° et 67° . Une seconde raison -la principale- à ces contradictions est que, comme il a été montré plus haut, les textures développées sont également fortement dépendantes de la densité d'énergie délivrée par le laser et des paramètres de production (épaisseur des couches et hatching distance). Les paramètres opératoires étant nombreux et les travaux dans ce domaine très récents, il n'y a pas encore vraiment de consensus sur les effets croisés des paramètres, ni de modèle suffisamment puissant pour pouvoir anticiper ces effets.

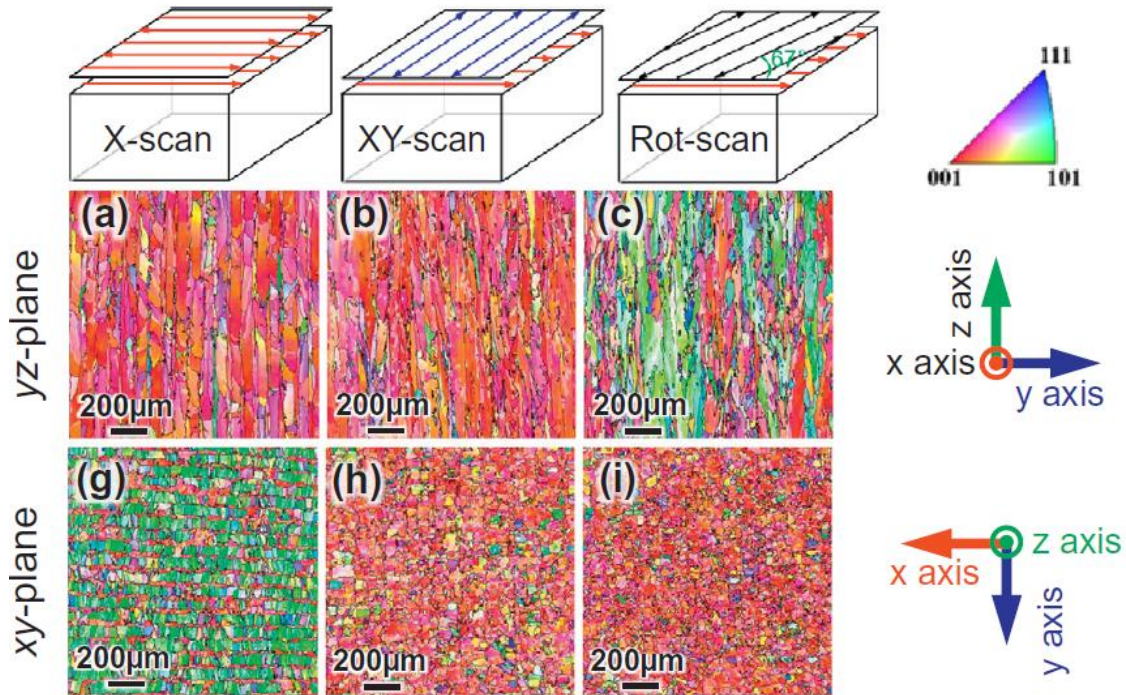


Figure 29 : Influence de la stratégie de rotation entre couches SLM sur la morphologie des grains et la texture cristalline dans un alliage Ni-25%Mo (d'après [84]) ; attention, le code couleurs des cartes EBSD indique ici la direction parallèle à la normale au plan d'observation (X pour (a) à (c), Z pour (g) à (i))

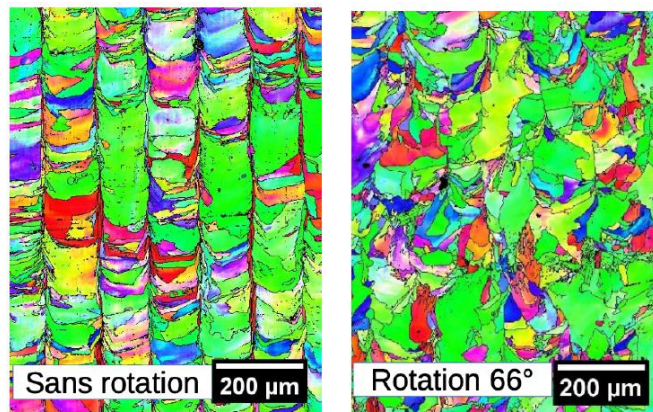


Figure 30 : cartes EBSD de plans XY d'un acier inoxydable austénitique élaboré par SLM avec deux stratégies différentes correspondant aux modes X-scan (g) et Rot-scan (i) de la figure précédente [85]

Les exemples précédents concernaient une stratégie reposant sur des rotations entre couches successives. La stratégie en ilots (ou en damier) décrite au §. I.1.1 pour améliorer la productivité est aussi utilisée pour diminuer l'anisotropie des pièces élaborées. Un exemple typique, tiré d'une étude de Carter et al. [86], est illustré Figure 31. Une couche est élaborée par une série de balayages carrés tournés de 90° , ce damier étant lui-même décalé à chaque couche. Comme attendu, il en résulte une texture globale assez isotrope. Cependant, cette stratégie n'évite pas la croissance colonnaire des

grains [86] et l'existence de textures locales (cf. Figure 31.c). Cet exemple montre d'une part la grande variété des conditions opératoires disponibles -et donc des textures obtenues- avec ce procédé très versatile, d'autre part que la tendance à la sélection d'orientations est forte, quelles que soient les conditions utilisées. Cette tendance est assez étonnante, compte-tenu de la faible épaisseur des bains liquides formés.

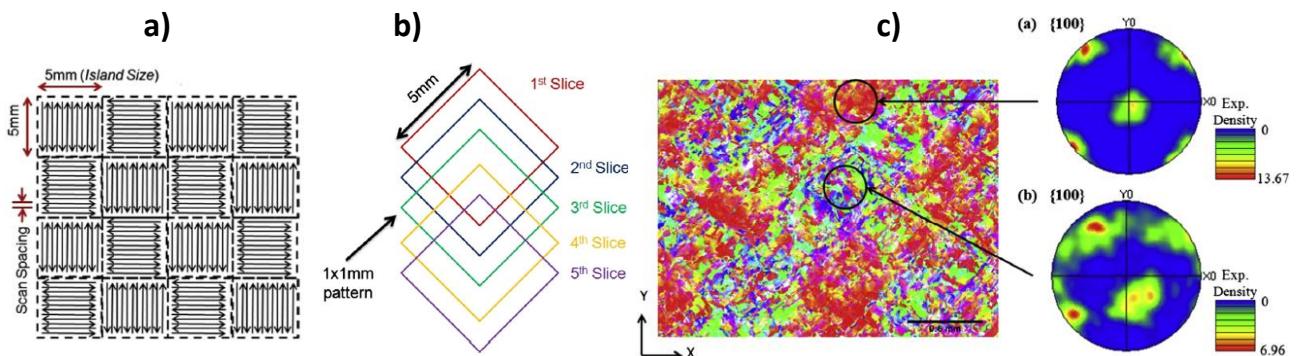


Figure 31: Exemple de stratégie utilisée pour réduire l'anisotropie cristalline d'une pièce en alliage de Ni CM247LC fabriquée par SLM : a) Remplissage d'une couche par ilots avec rotation du lasage à 90° ; b) Décalage des ilots d'une couche à l'autre ; c) Analyse EBSD montrant l'existence de textures locales mais une texture globale plus isotrope ; d'après [86]

I.3.4. Autres paramètres influents

D'autres paramètres du procédé beaucoup moins évidents ont également été identifiés comme pouvant avoir une influence sur les microstructures et les textures de SLM. Ainsi, dans le cas de l'Inconel 718, McLouth et al. [25] ont mis en évidence que la focalisation du laser pouvait également modifier la structure et les propriétés finales du produit (Figure 32). Dans cette étude, une microstructure plus fine et moins texturée est obtenue dans le cas d'une focalisation faite sur le plan de construction, alors qu'une défocalisation (vers le haut ou le bas) favorise la croissance colonnaire des grains et la texturation (respectivement plutôt de type $\langle 110 \rangle // Z$ ou de type $\langle 100 \rangle // Z$). Les explications données reposent sur la différence de densité d'énergie qui modifie les gradients thermiques (microstructure plus fine pour des gradients plus forts) et la forme des bains de fusion (cf. Figure 28).

Des études suggèrent également que les textures peuvent être influencées par la forme et le profil d'intensité (gaussien, top-hat, ...) du faisceau laser, ce second paramètre étant aussi modifié par la position du plan de focalisation vue ci-dessus. Ceci n'est a priori pas étonnant puisque ces paramètres déterminent également la distribution de l'énergie dans le bain de fusion et sont donc susceptibles d'influencer sa forme. La Figure 33 reporte les résultats d'une étude qui conclut qu'un faisceau de forme carrée favorise une texturation de type $\langle 100 \rangle // Z$ dans des pièces de SLM en Inconel 718. On notera cependant que, dans cette étude, la puissance délivrée par le laser évolue également fortement avec la forme et le profil du laser, dans un sens qui conduit aussi à augmenter la texture. Cet exemple est une bonne illustration de la difficulté à isoler sans ambiguïté l'effet de certains paramètres.

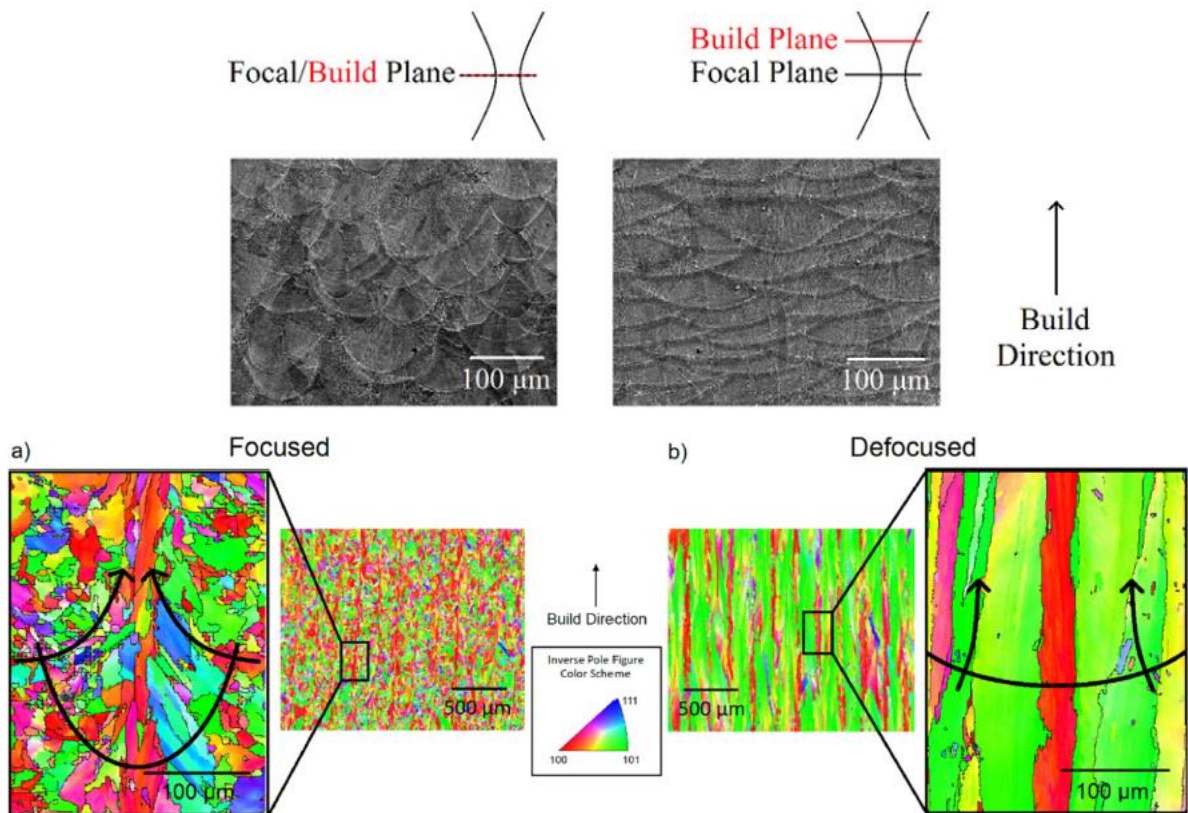


Figure 32 : Forme des bains de fusion et cartes IPF-Z d'échantillons d'Inconel 718 élaborés en utilisant deux plans de focalisation du laser

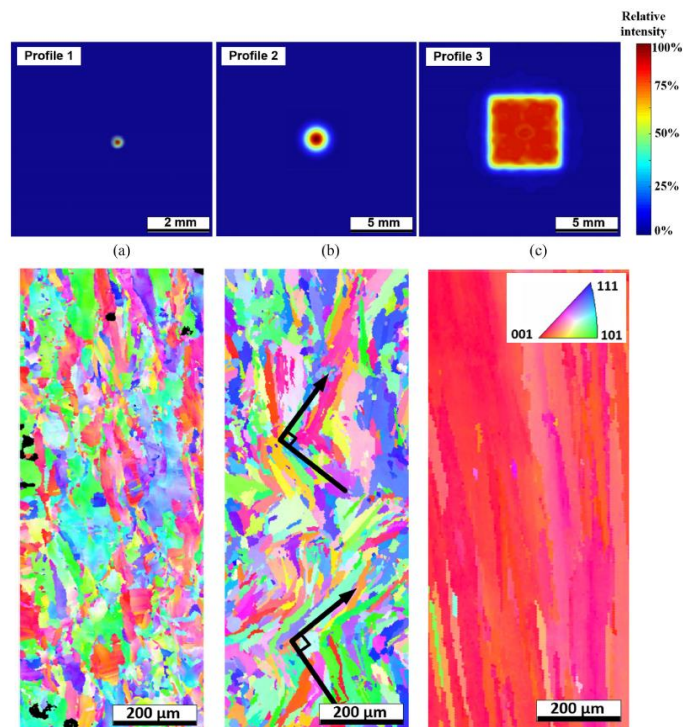


Figure 33 : Microstructures et textures selon des plans XZ de pièces en Inconel 718 élaborées avec des faisceaux laser de formes, profils et puissances différents : a) 200W, forme circulaire et profil gaussien ; b) 2kW, forme circulaire et profil gaussien ; c) 6kW, forme carrée et profil aplati [87]

Plus inattendu, Andreau et al. [56] ont montré que l'orientation de la buse d'alimentation en gaz neutre (utilisé pour empêcher l'oxydation des surfaces) pouvait également influencer les textures

crystallines, comme illustré dans la Figure 34. A noter que dans ce cas, la texture favorisée par les conditions opératoires est de type $\langle 110 \rangle // Z$ plus ou moins marquée. Pour expliquer cette observation, les auteurs invoquent des interactions complexes entre le flux de gaz et le plasma généré par le faisceau laser ('laser plume' ; cf. Figure 17.a), conduisant à des distributions d'énergie et des formes de bain de fusion différentes.

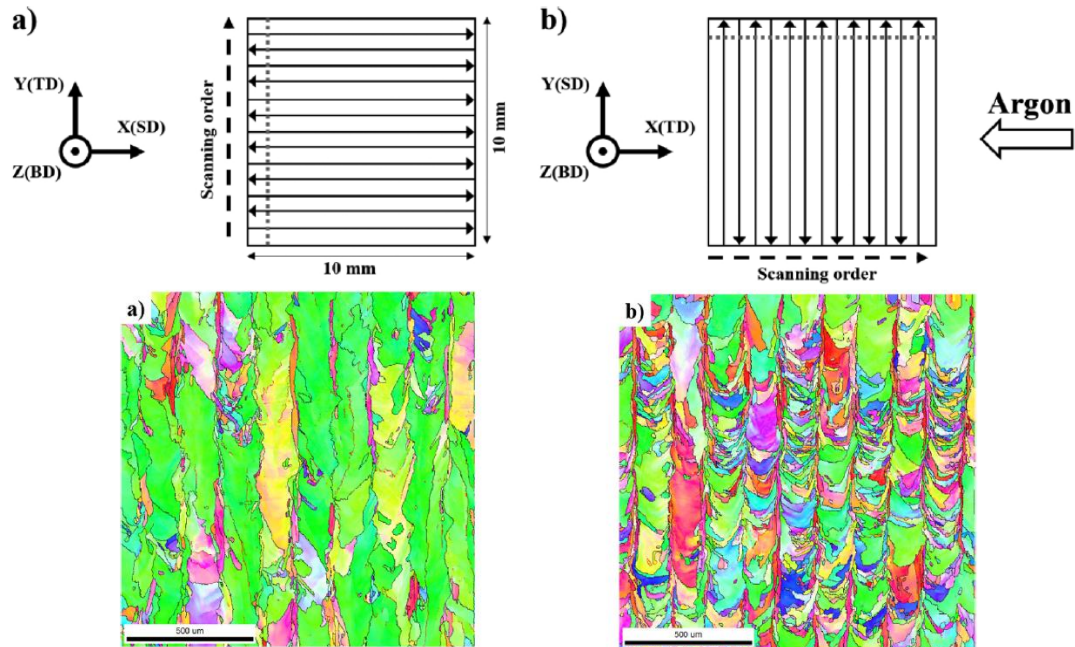


Figure 34 : Cartes IPF-Z dans un plan perpendiculaire à la direction de lasage de deux pièces en acier inox 316L construites avec les mêmes paramètres laser et la même stratégie (balayage unidirectionnel sans rotation entre couches) mais une orientation différente par rapport au jet de gaz passivant (argon) [56]

Enfin, dans le cadre d'une étude plus générale sur l'optimisation de poudres métalliques d'Inconel 625 pour le SLM, Pleass et al. [68] notent une légère différence de texture sur des pièces fabriquées dans de même conditions avec des lots de poudre de même granulométrie mais de composition légèrement différente (Figure 35). On peut noter cependant que l'analyse cristallographique menée dans cet article n'est pas très poussée, et que les cartes de la Figure 35 suggèrent plus une différence de microstructure qu'une réelle différence de texture.

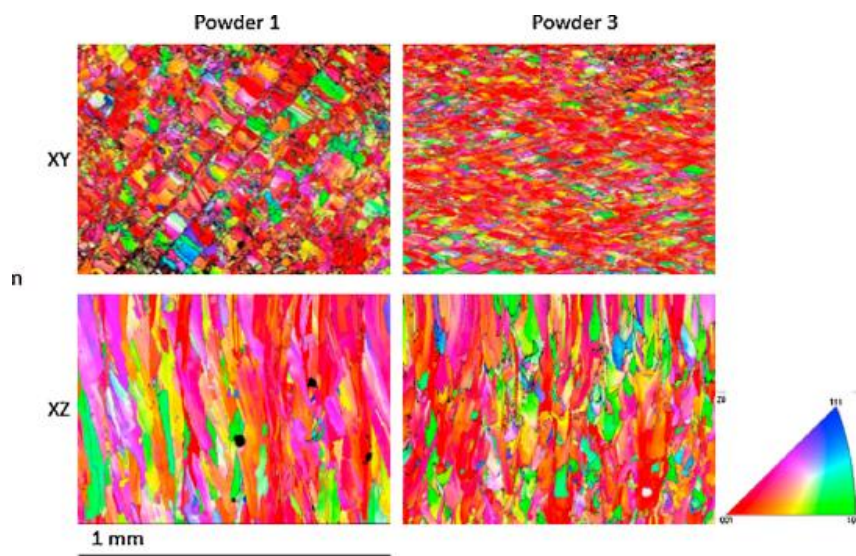


Figure 35: Cartes EBSD réalisées sur deux pièces en Inconel 625 avec de lots de poudres différents ; ici les couleurs indiquent les directions parallèles à la normale au plan d'observation (IPF-Z en haut et IPF-Y en bas)

A l'issue de cette partie d'analyse bibliographique, on peut retenir qu'à la lumière des travaux existants -pour la plupart très récents- les interactions entre les très nombreux paramètres du procédé SLM et la texture finale des pièces apparaissent extrêmement complexes et pour beaucoup non élucidées. Même si la densité d'énergie délivrée par le laser et la stratégie de balayage intra- et inter-couches semblent être les facteurs les plus influents (chacun dépendant également de plusieurs paramètres), d'autres paramètres peuvent avoir également une influence. La lecture des différents articles nous a également montré que l'analyse fine des phénomènes à l'origine de la sélection d'orientations en cours de fabrication est moins difficile dans le cas de stratégies simples (ex. balayage unidirectionnel sans rotation entre couches) que dans le cas des stratégies plus complexes qui ont été adoptées progressivement par les fournisseurs.

I.4. Méthodes d'évaluation non destructive par ondes ultrasonores

Le contrôle non destructif (CND, appelé en anglais NDE ou NDI pour non-destructive evaluation ou investigation), est l'une des disciplines d'ingénierie utilisées pour vérifier l'intégrité des composants de grande valeur [88,89]. Des méthodes de CND spécifiques à une tâche ont été développées au fil des années. Les plus courantes, contrôlées par des normes industrielles, mettent en jeu des Rayons X, de la radiographie numérique, du ressuage, des courants de Foucault, des particules magnétiques ou des ultrasons [90]. Des adaptations de ces méthodes sont également utilisées dans l'industrie médicale pour le diagnostic des patients.

Cette dernière partie bibliographique va présenter brièvement les ondes ultrasonores, puis on va les relier à l'élasticité, en particulier dans un milieu anisotrope. On va aussi se pencher sur l'évaluation non destructive par ondes ultrasonores pour des applications industrielles, en particulier pour des matériaux anisotropes. En effet, les pièces issues de fabrication additive sont un très bon exemple de pièces qui risquent d'être anisotropes, vue la nature du procédé lui-même. Et même si des progrès ont été faits pour éviter une anisotropie élastique (en manipulant les paramètres du procédé afin de diminuer la forte texture cristalline), d'autres types d'anisotropie vont rester quand même. Parmi ces types d'anisotropie figure la morphologie des grains. Les grains jouent un rôle primordial dans le mode de propagation des ondes ultrasonores. A titre d'exemple, si les dimensions des grains sont du même ordre de grandeur que la longueur d'onde, une diffraction peut arriver. Les grains des structures anisotropes et hétérogènes peuvent aussi faire dévier les faisceaux ultrasonores et perturber les signaux. Ainsi, le CND (notamment par ultrasons) et la fabrication additive métallique ont été évoqués ensemble dans plusieurs études [6,14,91,92].

I.4.1. Les ondes ultrasonores : notions caractéristiques

Les ondes ultrasonores existent déjà dans la nature où des animaux s'en servent pour survivre. L'Homme aussi a réussi à apprendre comment les produire et s'en servir dans plusieurs applications, notamment dans le domaine médical et plusieurs domaines industriels. Les ondes ultrasonores tirent leur nom du fait qu'elles sont des ondes mécaniques ayant des fréquences oscillatoires au-delà des ondes acoustiques et au-delà de l'audibilité humaine [88,93]. Leur gamme de fréquences est à partir de 15 kHz et jusqu'à 100 MHz. Au-delà des GigaHertz on parle plutôt des hypersons.

Les ultrasons sont divisés en deux grands groupes en fonction de leurs fréquences :

- Les ultrasons de puissance, ayant des fréquences entre 16 kHz et 1 MHz. Ces ondes sont utilisées pour réaliser un effet physique (par exemple dans des applications médicales, comme la destruction des calculs rénaux).
- Les ultrasons de diagnostic, ayant des fréquences entre 1 MHz et 10 MHz. Ces ondes sont utilisées pour faire un contrôle non destructif, étudier un matériau, une structure ou faire de l'imagerie médicale. Elles présentent des longueurs d'ondes de l'ordre du millimètre (par exemple entre 0,6 et 6 mm dans l'acier), ce qui satisfait généralement la majorité des demandes de précision de

mesure tout en limitant l'atténuation du signal [88,90,94]. Les ondes ultrasonores utilisées dans le cadre de cette étude font partie de cette catégorie.

Dans les solides, la propagation des ondes se fait par déformation élastique du réseau atomique. On peut différencier deux types d'ondes selon la relation d'orientation entre la direction de propagation et celle de vibration des particules, appelée aussi direction de polarisation (Figure 36) : a) les ondes de compression, dites aussi longitudinales (ou ondes L), pour lesquelles les deux directions sont communes ; b) les ondes de cisaillement, dites transverses (ou ondes T) pour lesquelles elles sont perpendiculaires entre elles. Le premier type d'onde se propage dans tous les milieux alors que le second est propre aux solides. Nous reparlerons plus en détails de ces ondes et des informations qu'elles apportent au chapitre II.3.

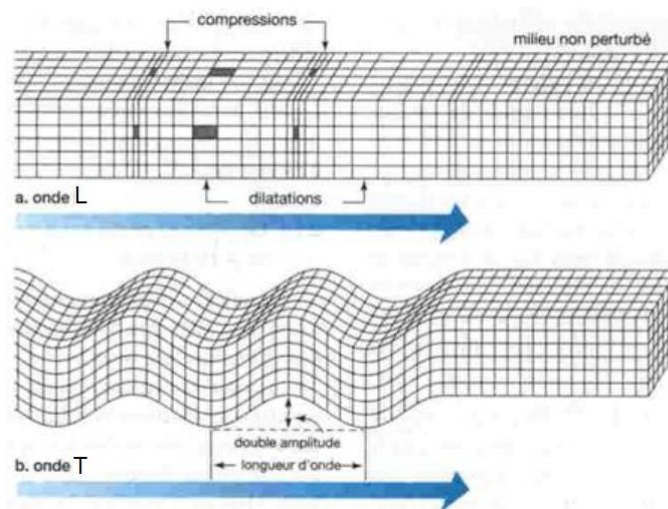


Figure 36 : Schématisation de la propagation d'ondes L ou T dans un solide [95]

Les ondes ultrasonores monochromatiques longitudinales et transverses se propageant dans le volume sont les plus utilisées en CND, bien qu'il en existe d'autres types comme les ondes de surface ou les ondes guidées. Les ondes ultrasonores sont produites et/ou détectées par des capteurs (souvent appelés traducteurs ou, de l'anglais, transducteurs) qui utilisent l'effet piézoélectrique. La piézoélectricité est un phénomène physique découvert par Pierre et Jacques Curie en 1880. Il consiste à produire un signal électrique à partir d'une vibration mécanique. On a aussi prouvé que ce phénomène est réciproque, d'où vient la production de la vibration mécanique sous forme d'ondes ultrasonores à partir d'un signal électrique au sein des capteurs. Pour la réalisation des capteurs, on utilise des matériaux à fort effet de piézoélectricité, comme par exemple le quartz.

La Figure 37.a donne une schématisation de différents types d'ondes ultrasonores créées et envoyées par un capteur et qui se propagent au sein d'un solide. On peut voir qu'en utilisant un sabot (ou une cale) pour changer l'angle d'incidence de la vibration mécanique à l'entrée dans le matériau, on peut produire différents types d'ondes [96]. Il existe en effet des valeurs critiques de l'angle d'entrée qui définissent le type d'onde envoyée dans le matériau (cf. Figure 37.b), mais aussi des valeurs pour lesquelles on peut avoir coexistence d'ondes L et T (régimes mixtes)

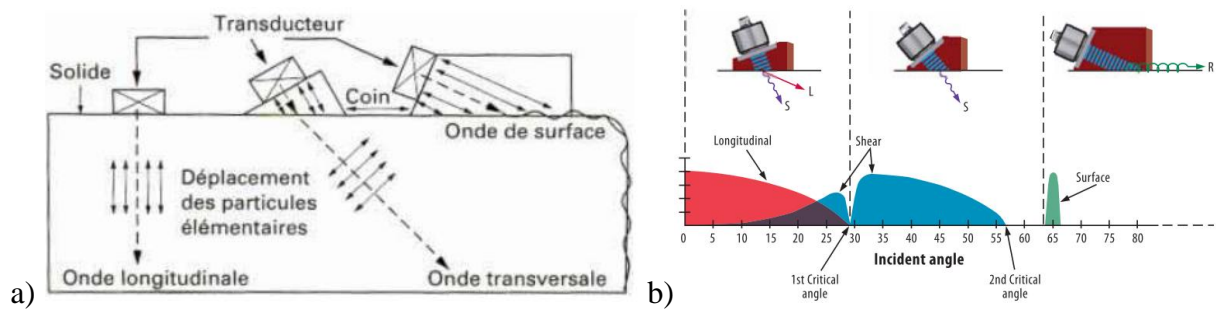


Figure 37: a) Types d'ondes et modes de propagation des ultrasons dans un solide [88] ; b) Relation entre l'angle d'incidence du faisceau ultrasonore et le type d'ondes produites dans le matériau [97]

Le principe du contrôle non destructif par ondes ultrasonores consiste à récupérer les ondes transmises dans le volume, soit à l'aide d'un second capteur, soit avec le même capteur qui réceptionne l'onde émise après un (ou plusieurs) rebond(s) (ou écho) sur une surface libre. La présence dans le volume de la pièce d'une zone présentant des propriétés élastiques différentes de celles du milieu traversé (par exemple une fissure) va se traduire par une altération du signal obtenu. Cette technique ne permet pas seulement de détecter différents types de défauts internes mais aussi de mesurer leur position ou leurs dimensions. Le principe de mesure est présenté de manière simplifiée dans la Figure 38. Un capteur ponctuel envoie une onde ultrasonore dans un matériau de test et récupère le signal revenant après un aller-retour (enregistrement appelé A-Scan en CND). L'existence d'un défaut crée un troisième pic sur le A-Scan et réduit simultanément l'amplitude de l'indication de la paroi arrière. La profondeur du défaut est déterminée par le rapport D / E_p , ou D est la position où le pic relatif au défaut a été localisé, et E_p est l'épaisseur de la pièce. Cette technique a des points forts comme sa grande sensibilité et l'existence de nombreuses méthodes d'auscultation [88].

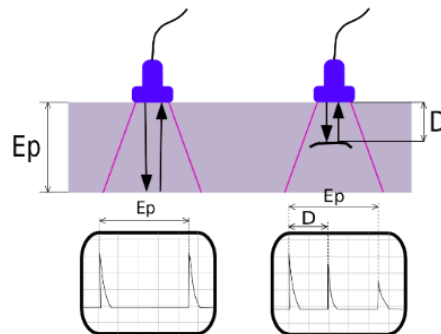


Figure 38: Principe du contrôle par ultrasons ; à gauche, le signal récupéré après un aller-retour dans un matériau homogène ; à droite le signal en cas de présence d'un défaut dans le matériau.

Lorsque le faisceau pénètre la matière, la majorité de son énergie est concentrée dans un lobe principal comme montré dans la Figure 39.a. Dans la zone où cette énergie est concentrée, les mesures ainsi que la détection des défauts sont possibles vu que les signaux sont propres. Ce domaine, appelé zone de champ lointain, est celui où les signaux sont exploitables. Avant cette zone, juste à la sortie du capteur, les signaux sont perturbés. Cette zone est appelée zone de Fresnel. On peut estimer sa profondeur l suivant la relation suivante :

$$l = \frac{D^2}{4\lambda} \quad \text{avec } D \text{ le diamètre de la source et } \lambda \text{ la longueur d'onde} \quad \text{Équation 1}$$

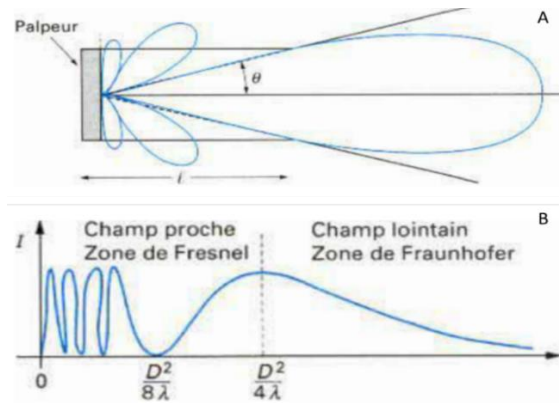


Figure 39 : a) Illustration de la divergence du faisceau d'ultrasons sous la forme d'une lobe énergétique ; b) Intensité acoustique mesurée sur l'axe du faisceau [88]

Le CND peut être fait à l'aide d'un transducteur contenant une seule source d'émission (ou pastille), et dans certains cas plusieurs. Dans ce cas, on parle d'un transducteur multiélément. Une représentation du principe de fonctionnement d'un capteur multiéléments ainsi que différentes configurations possibles de ce type de capteurs sont représentées dans la Figure 41. Les pastilles peuvent être excités chacune séparément, en même temps sous forme de faisceau focalisé, ou avec un retard choisi selon les applications (cf. Figure 40).

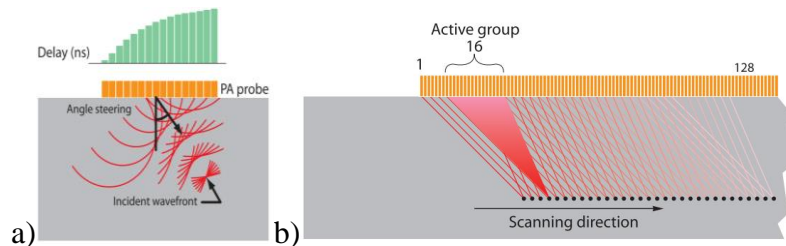


Figure 40: a) Exemple d'un faisceau d'angle généré par une sonde plate avec un retard variable ; b) Exemple de balayage linéaire à faisceau d'angle focalisé [97]

Les systèmes multiéléments peuvent être utilisés dans presque tous les tests où les détecteurs de défauts à ultrasons conventionnels ont traditionnellement été utilisés. L'inspection des soudures et la détection des fissures sont les applications les plus importantes, et ces tests sont effectués dans un large éventail d'industries, notamment l'aérospatiale, la production d'électricité, la pétrochimie, les fournisseurs de produits tubulaires, la construction et la maintenance de pipelines, les métaux de structure et la fabrication générale. Les systèmes multiéléments peuvent aussi être utilisés pour profiler l'épaisseur de paroi restante dans les applications d'étude de la corrosion [97].

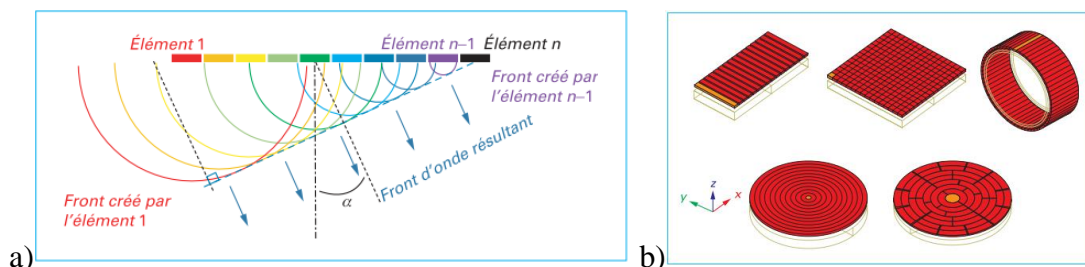


Figure 41: a) Principe de formation d'un faisceau incliné par un transducteur multiéléments ; b) différents types de configuration de capteurs multiéléments [90]

Les avantages de la technologie multiéléments par rapport à l'utilisation d'un capteur à base d'une seule pastille proviennent de sa capacité à utiliser plusieurs éléments pour orienter, focaliser et balayer les faisceaux avec un seul ensemble de sonde. La direction du faisceau, communément appelée balayage S (balayage sectoriel), peut être utilisée pour cartographier les composants à des angles appropriés. Cela peut grandement simplifier l'inspection de composants à géométrie complexe [97].

La visualisation et la simulation des faisceaux ultrasonores mono- ou multiéléments peuvent être réalisées facilement avec un logiciel, appelé CIVA, développé par le CEA LIST et EXTENDE. CIVA propose un ensemble de modules dédiés à l'exploitation de différents types de signaux utilisés en CND (ultrasons, courants de Foucault, radiographie, ...) et des modules supplémentaires tels que les ondes guidées, la tomographie ou l'échographie. Dans le cadre de cette étude, le module utilisé est le module ultrasons. L'affichage du faisceau ultrasonore dans le logiciel peut être représenté en 3-D comme dans la Figure 42.a. Il est possible de changer les représentations du signal sous forme d'un A-scan ou d'un B-scan (Figure 42.b).

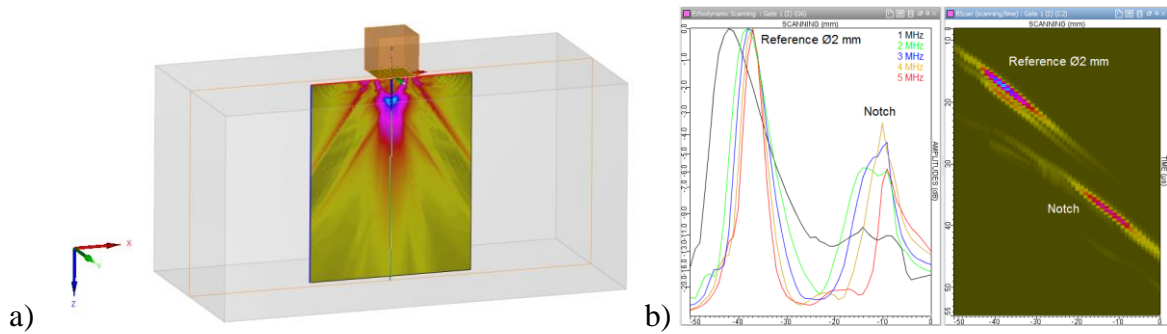


Figure 42: a) Représentation de la propagation du faisceau ultrasonore ; b) Analyse des signaux en A-scan (à gauche) et en B-scan (à droite) [98]

I.4.2. Relations entre les ondes ultrasonores et l'élasticité : principes théoriques de l'élastodynamique

En CND par ultrasons, l'exploitation complète des signaux nécessite de connaître les propriétés élastiques du milieu traversé, qui déterminent la vitesse de propagation des ondes. Dans beaucoup d'applications, ce milieu est considéré comme isotrope, c'est-à-dire que son comportement est déterminé par son module d'Young et son coefficient de Poisson. En métallurgie, ce milieu est le plus souvent polycristallin, et ses propriétés sont celles de l'agglomérat de grains qui le constituent. Ces derniers présentent en général individuellement une anisotropie élastique liée à leur structure cristalline. Si leurs orientations cristallines sont distribuées à peu près aléatoirement, l'hypothèse d'isotropie est acceptable. Cependant, beaucoup de procédés de mise en forme introduisent une distribution non-isotrope des orientations des grains (ou texture cristalline) plus ou moins marquée (ex. laminage à froid, solidification colonnaire en fonderie, fabrication additive, etc.). Ceci peut conduire à rejeter l'hypothèse d'isotropie.

Inversement, la mesure précise de la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans un milieu quelconque peut être un moyen de déterminer les propriétés élastiques du polycristal, grâce à l'existence de relations entre les vitesses (appelées aussi célérités) des ondes ultrasonores et ces propriétés. Dans ce paragraphe on va se pencher sur les principales équations qui régissent la propagation des ondes ultrasonores dans un milieu élastique homogène fini, isotrope puis anisotrope.

➤ Cas d'un milieu isotrope :

Dans le cas d'un milieu élastiquement isotrope, les vitesses de propagation des ondes longitudinales et transverses sont liées aux constantes d'élasticité comme décrit dans les relations suivantes :

$$\begin{aligned}
 V_L &= \sqrt{\frac{E(1-\sigma)}{\rho(1+\sigma)(1-2\sigma)}} \\
 V_T &= \sqrt{\frac{E}{2\rho(1+\sigma)}}
 \end{aligned}
 \quad (\text{Équations 2})$$

avec E [Pa] le module d'Young, σ [sans dimension] le coefficient de Poisson et ρ [kg/m³] la masse

volumique du matériau [88]. On comprend donc que la vitesse des ondes ultrasonores dépend du milieu dans lequel elles se propagent, donc de la nature du matériau. Par exemple, la vitesse moyenne des ondes longitudinales dans l'acier est 5900 m/s et la vitesse moyenne des ondes transverses est 3250 m/s. Dans le plexiglas, les ondes longitudinales et transverses se propagent respectivement avec à 2700 m/s et 1100 m/s [88]. La longueur d'onde est déduite de la vitesse de l'onde V et de sa fréquence f en utilisant la relation suivante : $\lambda = \frac{V}{f}$ [88].

➤ **Cas d'un milieu anisotrope :**

Dans le cas d'un milieu anisotrope, la détermination du comportement élastique du milieu nécessite de connaître l'ensemble des termes de la matrice d'élasticité (ou de rigidité) qui relie le tenseur des contraintes au tenseur des déformations par la relation $\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \epsilon_{kl}$. Dans le cas le plus complexe où aucune symétrie particulière ne peut être identifiée dans le matériau, cette matrice est définie par 21 termes indépendants. On comprend que la détermination de tous ces termes à partir de mesures de vitesses de propagation des ondes sera beaucoup plus complexe et nécessitera de tester de nombreuses directions de propagation.

En parlant de vitesses des ondes, il faut préciser que dans le cas d'un matériau anisotrope on parle plutôt de deux types de vitesses : vitesse de phase qui est perpendiculaire au front d'onde et qui désigne la vitesse du front d'onde, et vitesse de groupe (ou d'énergie) qui est la vitesse de propagation du flux de l'énergie (cf. Figure 43). La vitesse mesurée expérimentalement ou mise en œuvre dans les équations est généralement la vitesse de phase. Les deux grandeurs sont reliées par un $\cos \alpha$ de la manière illustrée dans la Figure 43.

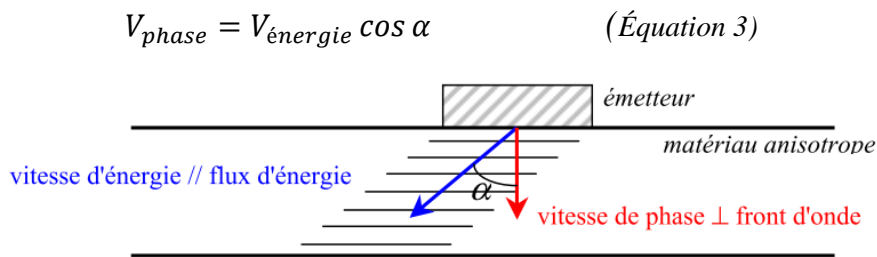


Figure 43: Vitesse de phase et vitesse d'énergie (ou de groupe) dans le cas d'un matériau anisotrope [94]

Il est important de noter que dans le cas des ondes ultrasonores se propageant dans un matériau anisotrope, les ondes longitudinales et les ondes transverses sont souvent appelées respectivement ondes quasi-longitudinales et ondes quasi-transverses. Cette notation est due au fait que les axes de propagation et de polarisation ne sont pas parfaitement parallèles (dans le cas des ondes longitudinales) ou parfaitement perpendiculaires (dans le cas des ondes transverses) [93].

Pour étudier la propagation des ondes élastiques dans un milieu anisotrope, on utilise un ensemble d'équations qui s'appelle le système d'équations de Christoffel [99–101]. Il est obtenu en combinant la loi de Hooke et le principe fondamental de la dynamique, puis en injectant la forme de la solution qui est une onde plane progressive monochromatique. Le système sous sa forme finale est présenté par l'équation :

$$\Gamma_{il} u_l = \rho V^2 u_i \quad \text{Équation 4}$$

$\Gamma_{il} = C_{ijkl} n_j n_k$ est appelé tenseur de Christoffel et ρ est la masse volumique du milieu, \mathbf{u} le vecteur du déplacement, V la vitesse de phase et ρV^2 sont les valeurs propres du tenseur de Christoffel. Les solutions de ce système d'équation sont les vitesses V et les polarisations pour les trois modes qui peuvent exister : le mode longitudinal, le mode transversal horizontal et le mode transversal vertical. On peut déterminer ces vitesses et ces polarisations (relatives aux ondes planes se propageant suivant le vecteur \mathbf{n} dans un cristal de rigidité C_{ijkl} [101]) en cherchant les valeurs et vecteurs propres du tenseur de Christoffel [94]. Pour les ondes transverses, on peut distinguer des ondes transverses

rapides et des ondes transverses lentes. Bien entendu, les ondes transverses rapides sont celles dont la célérité est plus importante.

Les trois solutions peuvent être représentées sous formes de courbes dites « courbes de lenteur », la lenteur étant définie comme l'inverse de la vitesse. Une courbe de lenteur non circulaire est une signature de l'anisotropie du milieu où l'onde s'est propagée. Le logiciel de simulation CIVA peut être utilisé pour tracer les courbes de lenteur à partir d'une matrice de rigidité représentative du matériau (cf. Figure 44).

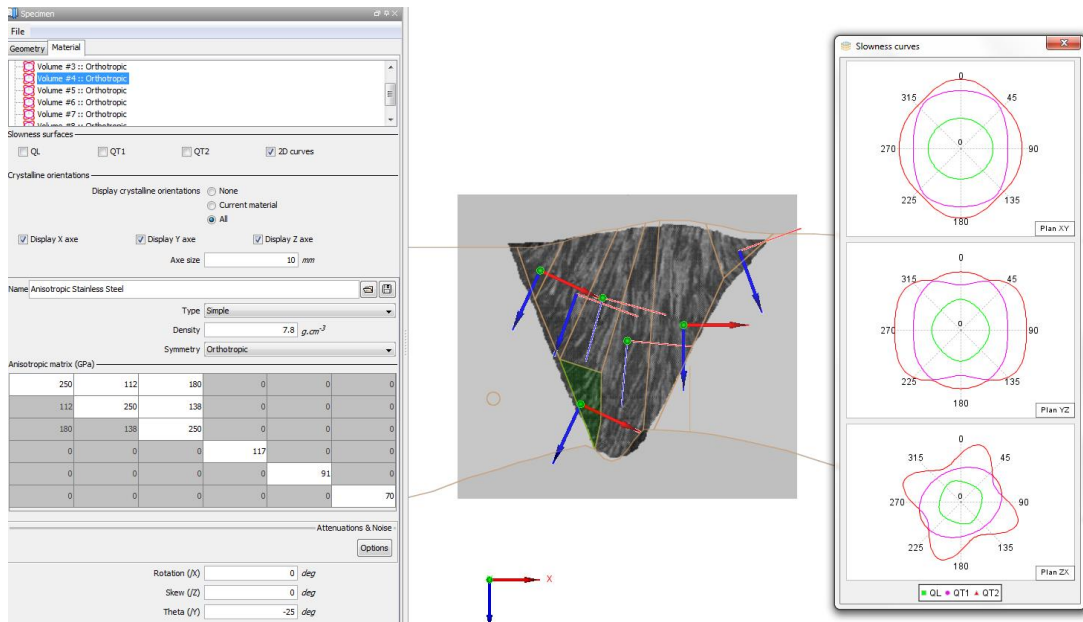


Figure 44: Courbes de lenteurs (à droite) calculées par CIVA pour la propagation d'ondes dans une zone d'un cordon de soudure (indiquée au centre) caractérisée par une matrice de rigidité entrée à gauche [98] ; les courbes de lenteur des ondes longitudinale (verte) et transverses rapide (rouge) et lente (rose) sont représentées dans trois plans d'un repère orthonormé et pour différents angles par rapport à une direction de référence du plan.

D'un point de vue expérimental, il est donc a priori possible de déterminer des constantes élastiques d'un solide anisotrope par des mesures expérimentales en contact direct de propagation d'ondes ultrasonores dans différentes directions. Les vitesses de phase des ondes de volume dans le milieu sont liées aux constantes d'élasticité d'un milieu anisotrope à travers l'équation de Christoffel [102]. En inversant cette équation, les constantes d'élasticité peuvent être déterminées à partir d'un ensemble approprié de vitesses expérimentales mesurées pour diverses directions. En utilisant la conversion de mode à une interface liquide-solide, des ondes de volume quasi-longitudinales et quasi-transversales peuvent être générées et transmises dans le milieu étudié (Figure 45.a) et pour différentes directions de propagation. Pour permettre des mesures plus précises, notamment des distances de propagation, on a recours -lorsque possible- à des découpes d'échantillons en facettes multiples (cf. Figure 45.b).

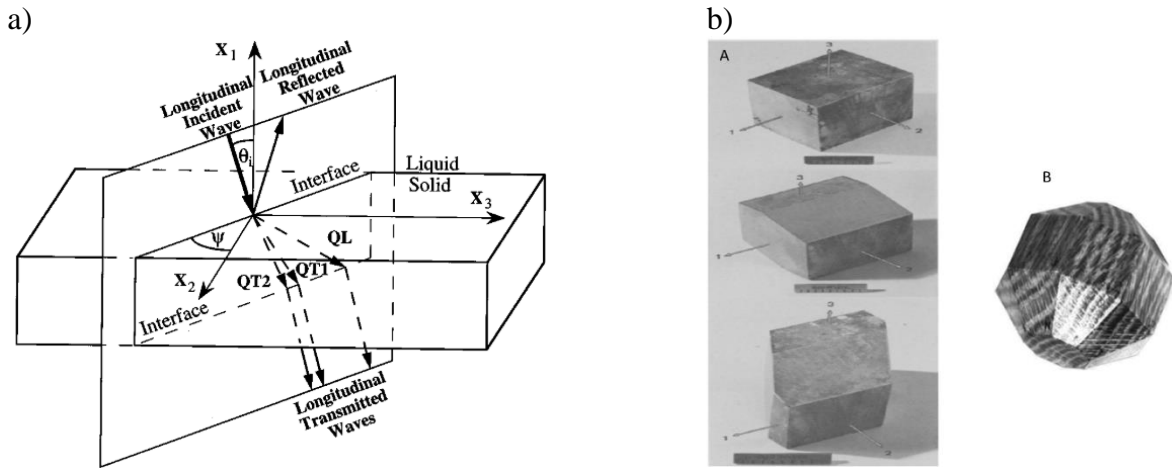


Figure 45: a) Représentation schématique d'une expérience de transmission simple pour mesurer des vitesses de propagation d'ondes L et T. QL représente un mode quasi longitudinal, et QT1 et QT2 représentent respectivement des modes quasi transversaux rapides et lents [102] ; b) Coupes progressives (jusqu'à 26 facettes) d'un échantillon de bois pour des mesures de vitesses ultrasonores au contact dans différentes directions [103]

Sans hypothèse particulière sur la symétrie du matériau, il est très difficile de mesurer avec précision des termes de la matrice de rigidité C_{ijkl} . Le recours à certaines approximations peut faciliter cette tâche. Par exemple, dans le cas d'un milieu de symétrie orthotrope -c'est-à-dire possédant trois plans de symétrie orthogonaux entre eux- la matrice de rigidité se réduit à 9 termes représentés ci-dessous (notation dite 'ingénieur' ou 'de Voigt')

$$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix}$$

Les expressions de ces neuf constantes élastiques en fonction des vitesses de propagation des ondes sont alors les suivantes [104] (Équations 5) :

$$\begin{aligned} C_{11} &= \rho v_{1/1}^2 \\ C_{22} &= \rho v_{2/2}^2 \\ C_{33} &= \rho v_{3/3}^2 \\ C_{44} &= \rho v_{2/3}^2 = \rho v_{3/2}^2 \\ C_{55} &= \rho v_{1/3}^2 = \rho v_{3/1}^2 \\ C_{66} &= \rho v_{1/2}^2 = \rho v_{2/1}^2 \\ C_{12} &= \sqrt{(C_{11} + C_{66} - 2\rho v_{12/12}^2)(C_{22} + C_{66} - 2\rho v_{12/12}^2)} - C_{66} \\ C_{13} &= \sqrt{(C_{11} + C_{55} - 2\rho v_{13/13}^2)(C_{33} + C_{55} - 2\rho v_{13/13}^2)} - C_{55} \\ C_{23} &= \sqrt{(C_{22} + C_{44} - 2\rho v_{23/23}^2)(C_{33} + C_{44} - 2\rho v_{23/23}^2)} - C_{44} \\ C_{55} + C_{66} &= 2\rho v_{23/1}^2 \\ C_{44} + C_{66} &= 2\rho v_{13/2}^2 \\ C_{44} + C_{55} &= 2\rho v_{12/3}^2 \end{aligned}$$

Avec :

- $v_{i/j}$ la vitesse d'une onde ultrasonore se propageant dans la direction i avec une polarisation dans la direction j ; $v_{i/j}$ est la vitesse d'une onde longitudinale si $i = j$. Si $i \neq j$ il s'agit de la vitesse d'ondes transverses.
- $v_{ij/k}$ est la vitesse de propagation d'une onde se propageant à 45° dans le plan ij avec une polarisation dans la direction k . Si $i \neq j \neq k$, $v_{ij/k}$ est une vitesse d'une onde transverse.
- $v_{ij/kl}$ est la vitesse de propagation d'une onde se propageant à 45° dans le plan ij avec une polarisation à 45° des directions k et l .

Si on peut faire l'hypothèse complémentaire d'une orthotropie de révolution (ou isotropie transverse) -c'est-à-dire d'une isotropie dans un des plans de symétrie- la matrice de rigidité se réduit encore à 5 termes :

$$\begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{13} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix}$$

Beaucoup de matériaux naturels présentent une orthotropie transverse, comme le bois [103] ou l'os [104]. Concernant les matériaux de synthèse, les caractéristiques des procédés de fabrication peuvent conduire à admettre l'hypothèse d'orthotropie (ex. laminage d'un métal, injection d'une plaque composite en polymère renforcé par un tissu de fibres de verre, ...), voire d'isotropie transverse (ex. tréfilage de fil métallique, pultrusion de composite, ...).

Dans le cas de la fabrication additive métallique par fusion de lit de poudre, on a vu plus haut que le procédé présente une asymétrie marquée entre une direction de fabrication (Z) perpendiculaire au plan de réalisation (XY) des couches successives, sur lequel des balayages sont réalisés suivant une trame régulière, souvent carrée ou unidirectionnelle, croisée ou pas entre couches successives. Suivant les paramètres opératoires et les stratégies de balayage, cette asymétrie se traduit par des anisotropies morphologiques et cristallines plus ou moins marquées qui peuvent donc conduire à des différences de vitesse de propagation des ondes ultrasonores en fonction de la direction testée. A notre connaissance, peu d'études ont été consacrées à l'évaluation de ce problème. Ce sera l'objet du Chap. V de ce mémoire.

I.5. Positionnement de la thèse - Introduction et contexte de l'étude

Dans cette partie d'étude bibliographique, nous avons fait l'état de l'art de la fabrication additive, cette technique révolutionnaire qui présente aussi bien d'avantages que d'enjeux à prendre en compte. Nous avons aussi noté que la fabrication additive commençait à envahir la majorité des marchés dans diverses industries et que les investissements en cette nouvelle technologie se multiplient ces dernières années. Comme la technique choisie dans ce projet de thèse est la fusion laser sur un lit de poudre (SLM), nous avons consacré une partie pour décrire en détails ce procédé. Le SLM présente l'avantage d'assurer un état de surface de la pièce finale qui est de meilleure qualité comparé aux autres procédés.

Dans la deuxième partie de cette étude bibliographique, plusieurs travaux de recherche antérieurs ont montré que les microstructures et les textures cristallines issues du SLM sont très particulières et complexes du fait de la particularité du procédé lui-même. Les phénomènes physiques mis en jeu lors du procédé, notamment le refroidissement rapide, donnent lieu à des microstructures dendritiques fines avec une croissance épitaxiale, ainsi que des textures orientées en fonction des flux de chaleur.

La troisième partie a concerné les effets des paramètres du SLM sur la microstructure et la texture,

ainsi que sur les défauts, notamment les porosités. Plusieurs études ont montré l'importance de la stratégie (trajectoire) de balayage du laser, sa vitesse, sa puissance et son focus sur la formation des microstructures et des textures dans la pièce. Nous avons également constaté dans la littérature qu'il existe une influence de la géométrie de la pièce ainsi que l'orientation de construction sur la microstructure et la texture. De plus, plusieurs études ont établi une relation entre la morphologie des porosités et leur origine. Par exemple les porosités sphériques sont liées soit à un emprisonnement de gaz soit au caractère turbulent du bain de fusion et les porosités de formes irrégulières sont liées à un manque de fusion.

La dernière partie était consacrée au contrôle non destructif par ondes ultrasonores, où nous avons décrit en détails le type d'ondes ultrasonores que nous avons utilisées dans nos analyses : les ondes de volume longitudinales et transverses. Nous avons aussi décrit les types de signaux utilisés dans le CND par ultrasons, à savoir les A-scan, B-scan et C-scan. Dans cette partie nous avons aussi rappelé quelques notions de base sur les relations entre les célérités des ondes ultrasonores et constantes de la matrice de rigidité du matériau porteur. A la fin de cette partie nous avons évoqué quelques exemples du CND, en particulier le CND par ondes ultrasonores, appliqués sur des pièces ou structures issues de la fabrication additive.

A travers cet état de l'art, on a pu comprendre certains des enjeux qui se présentent dans ce domaine. On a bien compris que la fabrication additive conduit à des anisotropies des pièces produites, élastiques ou relatives à la morphologie des grains, qui dépendent fortement des paramètres du procédé. Ces anisotropies peuvent influencer sur la propagation des ondes ultrasonores, au point d'introduire des biais dans les signaux récoltés. Donc le sujet de cette thèse a été établi afin de contribuer à apporter des éléments de réponses à ces problématiques. Ainsi, les travaux de cette thèse s'inscrivent dans le cadre de la participation à la compréhension des caractéristiques des pièces en poudre d'Inconel 625 fabriquées par SLM, en relation avec les paramètres du procédé, ainsi qu'une utilisation des ondes ultrasonores dans un objectif de caractérisation des anisotropies élastiques éventuellement présentes dans ces pièces analysées.

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales

Ce chapitre présente la démarche globale de l'étude, le matériau utilisé, les géométries d'échantillons, les paramètres connus du procédé de fabrication ainsi que les méthodes expérimentales. Les caractérisations de la microstructure et de la texture cristalline ont été exclusivement effectuées au LEM3, alors que la caractérisation de l'anisotropie élastique par méthode ultrasonore a été menée au CEA-LIST. Certains détails expérimentaux seront toutefois précisés ultérieurement dans les chapitres concernés.

II.1. Echantillons étudiés

Plusieurs jeux d'échantillons en Inconel 625 ont été fabriqués par la société Poly-Shape avec la technique de fusion laser sur lit de poudre (AM-SLM) :

- Deux parallélépipèdes de dimension $60 \times 60 \times 10 \text{ mm}^3$ (cf. Figure 46)
- Un ensemble de 2×18 cubes de dimension $30 \times 30 \times 30 \text{ mm}^3$, qu'on a choisi d'appeler « grands cubes » (cf. Figure 47)
- Un ensemble de 2×18 cubes de dimension $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$, qu'on a choisi d'appeler « petits cubes » (cf. Figure 47)

Le matériau choisi, l'Inconel 625 ou Alloy 625, est un superalliage à base de Nickel de composition nominale (%massique) : 22%Cr, 9%Mo, <5% Fe, 3.6%Nb+Ta, <1%Co, <0.4%Ti, <0.4%Al et bal. Ni. Cet alliage a été retenu pour quatre raisons principales :

- Il est de structure cubique (3 coefficients d'élasticité pour le monocristal),
- Il ne présente pas de transformation de phase à l'état solide susceptible de changer la texture de solidification de la matrice,
- Il présente une anisotropie relativement élevée [34,105],
- Il est très utilisé en fabrication additive et était donc disponible en début de thèse.

Deux repères sont utilisés pour les analyses : un repère échantillon et un repère procédé. Dans les deux cas, Z correspond à la direction d'empilement des couches. Dans le repère échantillon, X et Y sont dans le plan de balayage laser, parallèles aux faces des pièces (Figure 46). Dans le repère procédé, DL1 et DL2 sont les deux directions de lasage lorsque celui-ci est croisé ou, dans le cas d'un balayage unidirectionnel, DL et DN correspondent respectivement à la direction de lasage et à sa normale.

Les parallélépipèdes ont été réceptionnés en début de thèse. Ils ont été produits en utilisant les paramètres de fabrication par défaut d'une machine EOS[®]M270. Les valeurs absolues des paramètres ne nous ont pas été données par le fournisseur. Nous avons pu déduire à partir des premières observations des cartographies d'EBSD que le balayage laser est réalisé à environ 45° des axes X et Y et qu'une rotation de 90° est effectuée entre deux couches successives (Figure 46). Un des deux échantillons a été utilisé pour l'étude de la microstructure, de la texture cristallographique et de la stabilité de la microstructure aux traitements thermiques. L'autre a été utilisé pour l'évaluation de l'anisotropie élastique à l'aide d'ondes ultrasonores transversales et longitudinales.

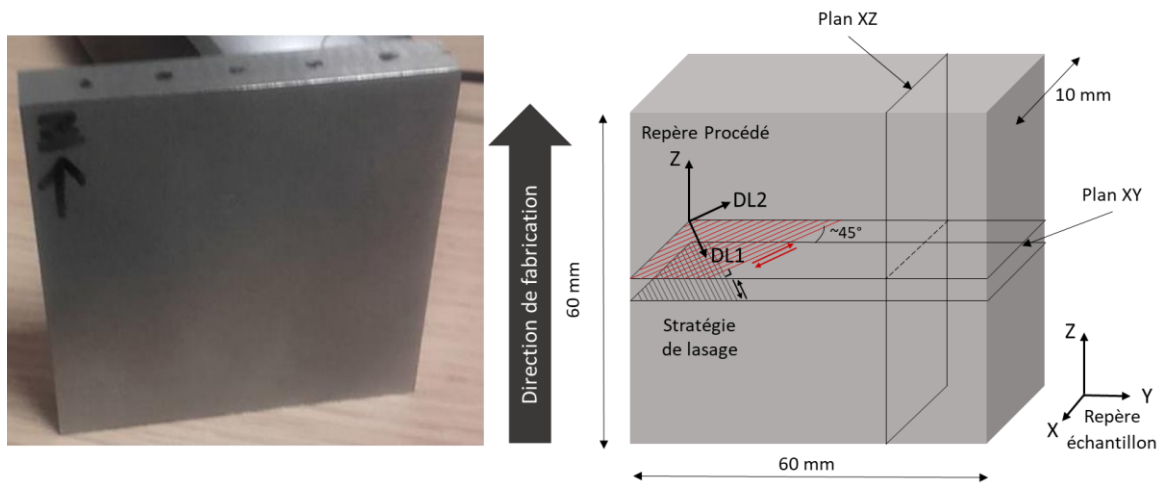


Figure 46 : Echantillon parallélépipédique et définition des repères utilisés dans l'étude

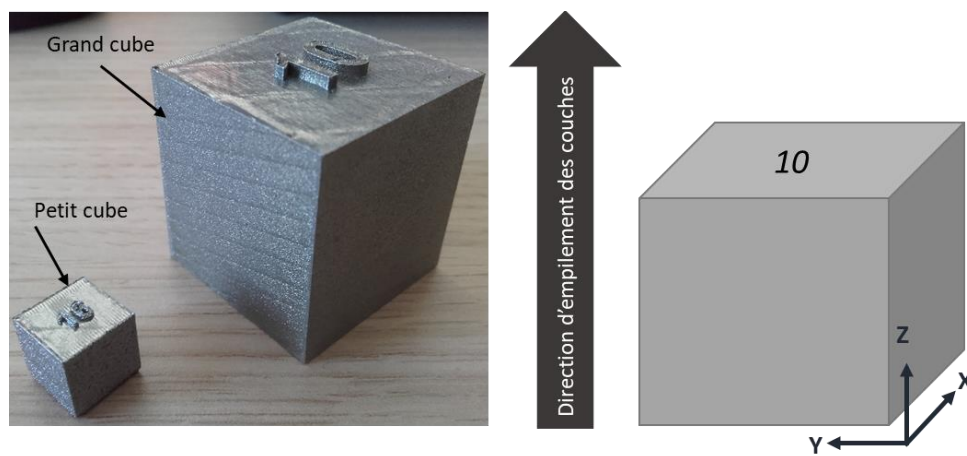


Figure 47 : Petits, grands cubes et repère associé

Après étude préliminaire sur les parallélépipèdes, les cubes ont été commandés au même fournisseur, avec différents paramètres de fabrication. Ils ont été fabriqués sur une autre machine, SLM[®]500, disposant de 4 lasers pouvant travailler en même temps avec des puissances allant de 800 à 2800 watts [106] (cf.

Figure 48). Le numéro de chaque cube a été imprimé en relief directement lors de la fabrication (cf. Figure 47).



Figure 48 : Les quatre lasers dans la machine SLM[®] 500 [106]

Les petits cubes sont destinés aux caractérisations microstructurales et de texture et ceux de 30 mm essentiellement aux mesures de propagation des ultrasons. Pour cette seconde approche

expérimentale, nous avons en effet besoin de dimensions plus importantes pour éviter la zone de Fresnel en ondes volumiques longitudinales et avoir une meilleure précision de mesure (voir § II.3.1). Quelques analyses microstructurales et de texture ont cependant été également effectuées sur des grands cubes pour vérifier que la différence de dimension n'affectait pas significativement la microstructure et la texture (voir § III.3.1).

La liste des cubes est reportée dans le Tableau 3. Les paramètres sur lesquels nous avons joué sont : la puissance, la vitesse de lasage, la focalisation du laser et la stratégie de balayage. Le fabricant n'a pas souhaité nous communiquer les valeurs absolues des paramètres, mais nous a fourni les variations relatives. Les valeurs de puissance et vitesse de 100% correspondent aux conditions standard de fabrication et les indications 75% et 125% à des modifications en proportion de ces paramètres. A priori, le focus standard correspond à une focalisation sur le plan de la couche et les mentions mini et maxi correspondent à des défocalisations en-dessous et au-dessus de ce plan. La stratégie de balayage standard est celle de balayages successifs croisés à 90° entre chaque couche illustrée dans la Figure 46. La stratégie « unidirectionnelle » correspond à la suppression de la rotation de 90° de la direction de lasage entre couches. Elle a été réalisée pour exacerber l'anisotropie structurale qui avait été constatée comme modérée pendant l'étude des parallélépipèdes (cf. Chap. III).

Tableau 3: Paramètres de fabrication des différents cubes

Positionnement	Balayage	Puissance Laser	Focus	Vitesse	N° cube
Mono laser	Standard	75%	Standard	100%	1
		100%	Standard	100%	2
		125%	Standard	100%	3
		100%	Mini	100%	4
		100%	Maxi	100%	5
		100%	Standard	75%	6
		100%	Standard	125%	7
	Unidirectionnel	75%	Standard	100%	8
		100%	Standard	100%	9
		125%	Standard	100%	10
		100%	Mini	100%	11
		100%	Maxi	100%	12
		100%	Standard	75%	13
		100%	Standard	125%	14
Recouvrement	Standard	75%	Standard	100%	15
		100%	Standard	100%	16
		125%	Standard	100%	17
Mono laser	½ hauteur Standard ½ hauteur unidirectionnel	100%	Standard	100%	18

A noter que, pour les séries de cubes, nous avons demandé au fournisseur que les directions de lasage DL1, DL2 ou DL soient des directions géométriques du cube, X et/ou Y. Nous avons constaté après réception que cela n'était pas le cas. Compte-tenu des délais restant (livraison des cubes à 15 mois du début de la thèse), nous avons néanmoins décidé de travailler avec les séries disponibles, ce qui a malheureusement compliqué les caractérisations (voir chapitres suivants).

Globalement, faute de temps, seuls les petits cubes 1 à 14 et les grands cubes 2, 9 et 13 ont pu être exploités dans le cadre de cette thèse. Les cubes 15 à 17 avaient été initialement fabriqués pour étudier la microstructure dans la zone de recouvrement des balayages de deux lasers différents (Figure 49), alors que les cubes 18 étaient destinés à vérifier si les ultrasons pouvaient permettre de détecter un

changement de stratégie de construction. Le Tableau 4 ci-dessous récapitule d'une autre manière les échantillons étudiés ainsi que les principaux objectifs associés.

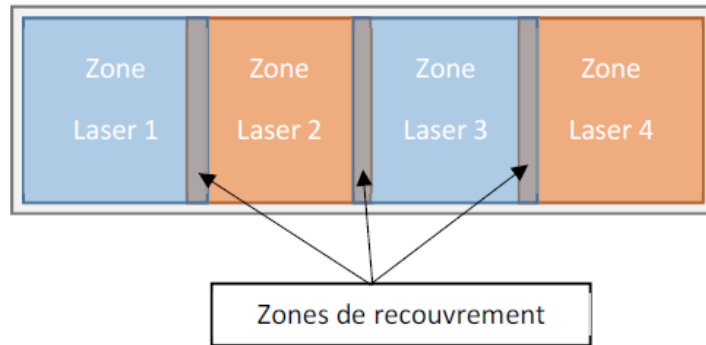


Figure 49 : Principe de la fabrication d'une couche par 4 lasers avec zone de recouvrement

Tableau 4 : Récapitulatif des échantillons analysés et des objectifs d'étude

Machine	Géométrie	Puissance du laser	Focus du laser	Vitesse du laser	Stratégie de balayage du laser	Objectifs d'étude
EOS [®] M270	Parallélépipède 60x60x10 mm ³	100%	Standard	100%	Standard	Microstructure et texture Anisotropie élastique
SLM [®] 500	Petits cubes 10x10x10 mm ³	75%	Standard	75%	Standard et Unidirectionnel	Relations entre les paramètres du procédé et microstructure/texture
	Grand cubes 30x30x30 mm ³	100% 125%	Mini Maxi	100% 125%		Anisotropie élastique par texture et par ultrasons

II.2. Caractérisation de la microstructure et de la texture cristalline

II.2.1. Préparation des échantillons

II.2.1.1. Découpe

Le parallélépipède consacré à l'étude de la microstructure, de la texture et de la stabilité de la microstructure a été prédécoupé en utilisant une machine de découpe jet d'eau avec les paramètres suivants :

Tableau 5 : Paramètres de la découpe par jet d'eau

Vitesse [mm/min]	Pression [Bar]		Canon [mm]	Buse [mm]	Abrasif [mesh]
20	4000		0,76	0,2	80

Les autres coupes ont été faites à l'aide d'une micro-tronçonneuse avec une vitesse d'avance d'environ 0,075 mm/s. La Figure 50 ainsi que le Tableau 6 indiquent la position et l'utilisation des différents blocs.

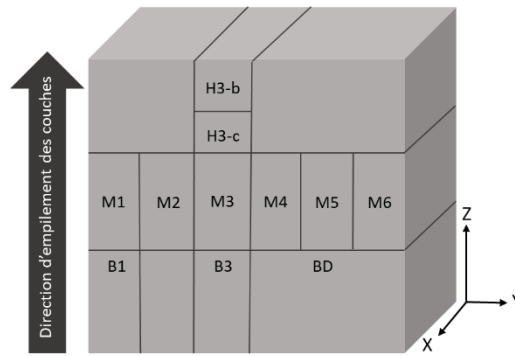


Figure 50 : Découpe du parallélépipède dédié à l'étude microstructurale

Tableau 6 : Echantillons découpés dans le parallélépipède et leur utilisation

Echantillon	Utilisation
B1	Observer la microstructure proche du bord du bloc, dans le plan YZ
B3	Observer la microstructure vers le centre du bloc, dans le plan YZ (et comparer avec B1)
M3	Observer la microstructure du matériau, les porosités et les structures de solidification typiques de la fusion laser sur lit de poudre dans le plan XZ Etudier la texture cristalline dans le plan XZ au cœur du grand bloc parallélépipédique
M1, M2, M4, M5, M6	Réaliser des traitements thermiques à 700°C, 800°C, 950°C, 1050°C, 1075°C, et 1100°C pour étudier la stabilité de la microstructure, la précipitation et la recristallisation.
H3-b	Observer la microstructure dans le plan YZ en haut du bloc
H3-c	Etudier les cordons de laser, la microstructure et les porosités dans le plan de balayage XY Etudier la texture cristalline au cœur du grand bloc parallélépipédique en la reliant à la stratégie de balayage du laser
BD	Réaliser un traitement thermique plus long dans l'objectif de révéler la phase delta

II.2.1.2. Polissage métallographique

Après découpe, les échantillons ont été, dans la plupart des cas, enrobés à chaud dans une résine Poly-Fast conductrice. Le cycle de chauffage était de 3,5 minutes à 180°C sous une pression de 250 bars. Le temps de refroidissement était de 1,5 minutes. Un polissage soigné est nécessaire pour obtenir de bons taux d'indexation en analyse EBSD. Les échantillons ont été polis avec des papiers abrasifs SiC puis des pâtes diamantées suivant les étapes du Tableau 7. Les attaques métallographiques sont présentées dans les sections suivantes.

Tableau 7: Etapes de polissage métallographique

Numéro de l'étape	Papier SiC ou drap de polissage	Liquide de polissage	Temps de polissage [s]
1	Papier SIC 800	Eau	360
2	Papier SIC 1000		360
3	Papier SIC 1200		360
4	Drap de polissage	Pâte diamant 9 μm	360
5	Drap de polissage	Pâte diamant 3 μm	390
6	Drap de polissage	Pâte diamant 1 μm	70
7	Drap de polissage	Solution OPS	70
8	Rinçage à l'eau		70

II.2.2. Caractérisation de la microstructure

II.2.2.1. Bains de fusion et structures de solidification

L'observation de la structure de solidification (bains de fusion et structures dendritiques) a été faite après attaque électrolytique dans une solution de 48 ml de H_2SO_4 , 40 ml de H_2NO_3 et 12 ml de H_2PO_4 , sous une tension de 0,5 V pendant 40 s.

Pour les observations à faible grandissement, un microscope optique Olympus BX61 a été utilisé en lumière polarisée. Cela permet de mettre en évidence la forme des bains de fusion, certaines structures de solidification et même dans certains cas, les joints de grains.

L'étude fine de la microstructure a été faite sur deux microscopes électroniques à balayage : un JEOL 6490 avec filament de tungstène et un ZEISS SUPRA40 avec canon à émission de champ (FEG), le plus souvent sous une tension d'accélération de 20 kV. L'imagerie a été réalisée en électrons secondaires (SE) ou rétrodiffusés (BSE). On rappelle que les électrons rétrodiffusés (BSE) résultent de l'interaction quasi-élastique du faisceau d'électrons primaires avec les noyaux des atomes constitutifs de l'échantillon. Leur rendement est d'autant plus important que le numéro atomique Z des atomes constituant la cible est élevé, permettant ainsi de générer des images de contraste de composition chimique. Les images en électrons rétrodiffusés révèlent également un contraste d'orientation. En effet, l'intensité d'émission des électrons rétrodiffusés dépend fortement de l'orientation cristallographique du grain par rapport au faisceau incident (Figure 51). Les électrons secondaires (SE) ont des énergies très faibles (quelques dizaines d'eV) et proviennent par conséquent des couches superficielles (quelques nanomètres) de l'échantillon observé. Leur rendement dépend fortement du relief de la surface de l'échantillon et c'est la raison pour laquelle ils sont utilisés principalement pour produire des images topographiques de l'échantillon.

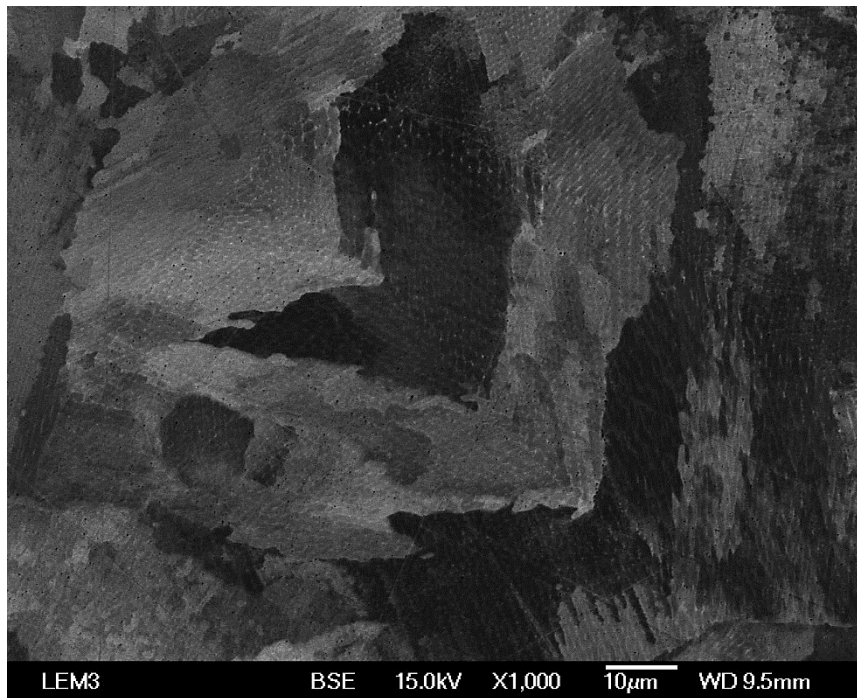


Figure 51 : Microstructure en imagerie BSE du cube 2 (plan XY) avec le MEB SEM JEOL 6490, révélant un contraste 'chimique' (dendrites de solidification) et un contraste 'cristallin' (grains)

II.2.2.2. Caractérisation de phase δ

Pour révéler la phase δ , une attaque électrolytique a été faite avec une solution d'acide perchlorique (HClO_4), sous une tension de 0,5V pendant 40s. La microstructure a ensuite été observée au microscope optique Olympus BX61 en lumière polarisée. Des analyses de composition chimique ont également été effectuées par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) dans le microscope SUPRA40 équipé du détecteur Bruker Quantax.

II.2.2.3. Quantification des porosités

La caractérisation des porosités a été faite sur des surfaces polies métallographiquement et non attaquées. Pour le parallélépipède, plusieurs champs ont été acquis de manière aléatoire, alors que pour les cubes, l'ensemble de la surface préparée a été observé selon les plans XY et XZ (plus YZ pour les cubes en balayage unidirectionnel). Pour analyser ces larges surfaces et éviter la défocalisation, un microscope à colonne inversée ZEISS équipé d'une caméra Axio Cam et du logiciel Axio Vision a été utilisé. Pour couvrir de larges surfaces, plusieurs imagerie ont été acquises en déplaçant la platine d'un champ entre chaque acquisition. Un exemple de surface scannée est présenté dans la Figure 52.

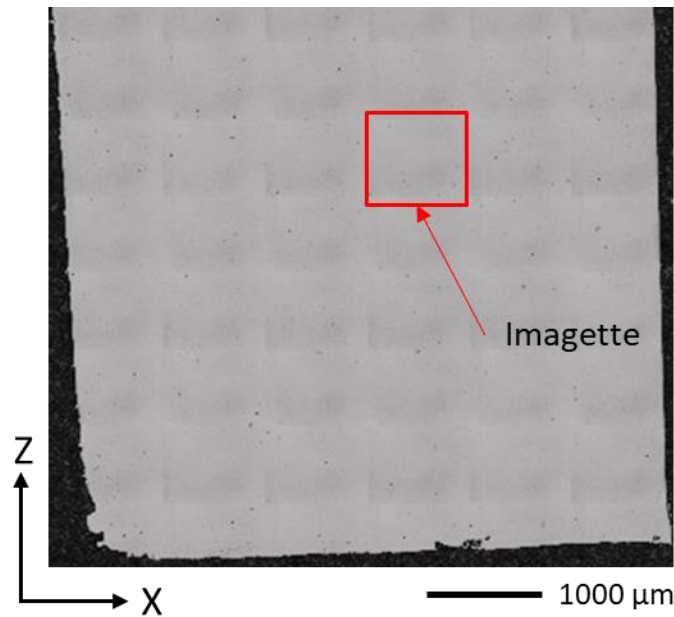


Figure 52 : Exemple d'un scan de la surface totale du plan XZ du petit cube 7

Pour la mesure, les images ont été binarisées manuellement. Les porosités étant très contrastées, cette étape est peu sensible au choix du seuil. Ensuite, les pixels noirs adjacents ont été regroupés en clusters qui ont été caractérisées en utilisant la fonction « Analyse Particules » du logiciel ImageJ [107]. Ceci permet d'obtenir entre autres la fraction surfacique des porosités, leur nombre, leur taille moyenne, leur périmètre moyen, leur circularité et les axes majeur et mineur de l'ellipse équivalente. Les intervalles de confiance, I , ont été calculés selon la relation :

$$I = \frac{2\sigma}{\sqrt{N}}$$

Où σ est l'écart type des mesures. Pour les mesures individuelles, N est le nombre de porosités détectées. Pour les mesures de fractions de porosité, N est pris égal au nombre d'imagettes.

Nous avons aussi essayé de mesurer le taux de porosité par méthode d'Archimède, en immergeant des échantillons dans un pycnomètre rempli d'eau à température ambiante. Pour le lecteur curieux, les résultats figurent en Annexe A. Cette méthode a donné des résultats aberrants qui peuvent trouver des explications dans la faible sensibilité de cette méthode. Etant donné que tout type d'air emprisonné (comme des bulles dans les crevasses à la surface) peut entraîner des erreurs de mesure importantes, il est préférable d'utiliser la méthode d'Archimède lorsque les niveaux de porosité sont censés être plutôt élevés ($> 1-2\%$). Donc elle n'est pas préférentiellement applicable pour les échantillons de cette étude en raison des faibles niveaux de porosité existants (vers $0,2\%$ hors effet Keyhole). D'autres techniques peuvent inclure la tomographie assistée par ordinateur (CT) et le scan par rayons X en tant que méthodes non destructives, mais leur résolution actuelle est limitée à des défauts relativement importants qui ne sont pas aussi couramment observés dans des processus de fabrication additive stables [108]. Ainsi, le choix de l'examen métallographique par analyse d'images était optimal dans le cadre de cette étude.

II.2.3. Caractérisation de la texture cristalline et de la structure des grains

II.2.3.1. Notions d'orientation cristalline

L'analyse de la structure des grains a été faite à partir de la technique EBSD qui permet de mesurer les orientations cristallines locales. Pour définir la notion d'orientation cristalline, on peut considérer un système de repères où le repère K_A est lié à l'échantillon (donc au polycristal), et les repères K_{Bi} sont liés à chaque grain (donc à chaque monocristal). L'orientation d'un cristal est définie par une rotation, notée g , qui permet de faire coïncider, abstraction faite de toute translation, le repère

d'échantillon K_A avec le repère K_{B_i} lié au monocristal, comme illustré dans la Figure 53.

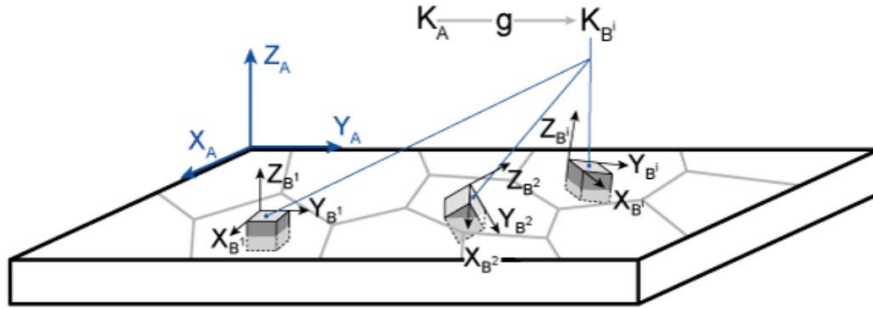


Figure 53 : Schématisation de la définition d'une orientation cristallographique, une rotation g qui permet de mettre en coïncidence le repère K_A lié à l'échantillon et le repère K_{B_i} associé au monocristal

Dans le cas de l'Inconel de structure cubique, le repère K_{B_i} est tel que $X_{B_i} // [100]_i$, $Y_{B_i} // [010]_i$ et $Z_{B_i} // [001]_i$. Selon l'exploitation qui en est faite, une orientation peut s'exprimer sous formes d'angles d'Euler, de matrice, de quaternions ou de vecteur de Frank-Rodrigues.

II.2.3.2. Technique EBSD

La technique de l'EBS (Electron Back Scattering Diffraction) [109] est une technique qui permet de mesurer les orientations cristallographiques, les phases en présence, les morphologies des grains, et certains défauts cristallins en relation avec la microstructure locale. La mesure s'effectue sur un échantillon bien poli -notamment en évitant tout écrouissage mécanique- fixé dans un MEB, avec un angle de tilt de 70° entre la normale à sa surface et le faisceau d'électrons incidents, comme présenté dans la Figure 54. Les électrons rétrodiffusés en conditions de Bragg avec les plans cristallins dans la zone affectée diffractent et forment deux cônes pour une famille donnée de plans réflecteurs (hkl). Ces cônes symétriques par rapport aux plans (hkl), sont détectés par un écran phosphorique. Leur intersection avec l'écran forme des hyperboles considérées comme deux droites parallèles. Ces deux droites forment une bande parmi d'autres bandes issues d'autres intersections de cônes générés par d'autres familles de plans (hkl). L'ensemble des bandes détectées constitue le cliché de diffraction, aussi appelé cliché de Kikuchi (Figure 55.a). Ce cliché est enregistré par une caméra et analysé par un logiciel de reconnaissance (ou indexation) automatique des bandes (Figure 55.b). Cette procédure permet d'obtenir l'orientation et la structure cristalline au point considéré avec une précision de l'ordre du degré. Des cartes sont obtenues en déplaçant le faisceau d'électrons en tout point d'une grille rectangulaire et en y indexant les clichés. Plusieurs cartes adjacentes peuvent également être acquises et assemblées en profitant du déplacement platine (multimapping), cela permet de couvrir des surfaces de plusieurs mm^2 .

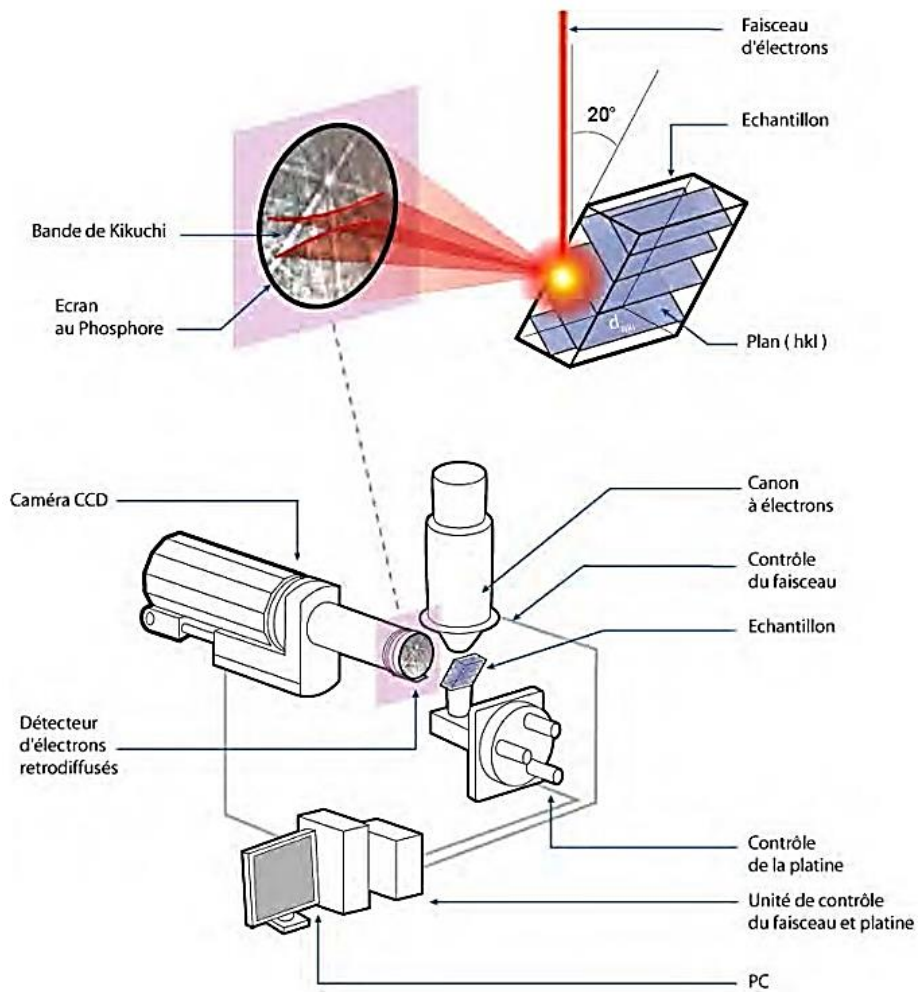
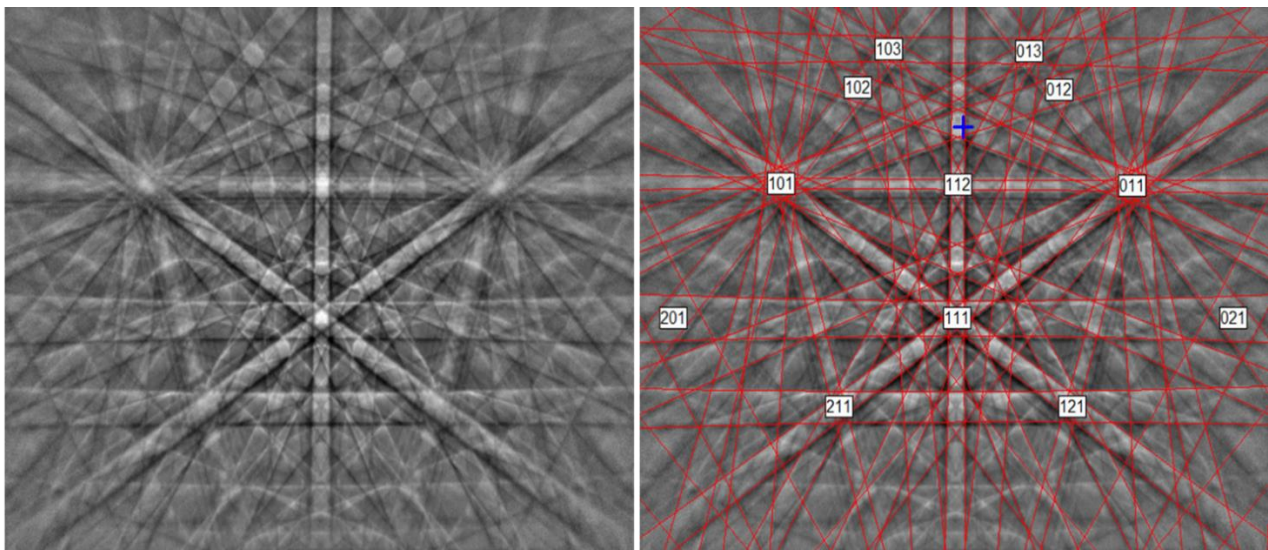


Figure 54 : Illustration du principe de fonctionnement de l'EBSD [109]



a) Diagramme de diffraction obtenu à partir de silicium à une tension d'accélération de 20 kV.

b) Diagramme de diffraction indexé; la croix bleue indiquant la position du centre du diagramme.

Figure 55: Cliché de diffraction avant indexation (a) et après indexation (b) [3]

Pour un matériau donné, la qualité du signal de diffraction peut être améliorée en optimisant les paramètres d'acquisition du cliché, en particulier le choix de la résolution de travail (le binning) de la camera EBSD, le temps d'intégration du signal et le choix de moyenner plusieurs clichés pour

améliorer le rapport signal sur bruit.

En pratique, les acquisitions ont été faites sur deux microscopes : un JEOL 6490 équipé d'une caméra EBSD Nordlys-F et un MEB JEOL 6500F avec une camera Nordlys-S. Les deux systèmes fonctionnent avec le logiciel d'acquisition AZtec de chez OXFORD Instruments. Une tension d'accélération de 20kV (parfois 15 kV), un courant élevé (courant maxi avec le diaphragme M) et un binning 4x4 ont permis d'obtenir des taux d'indexation (fraction des points dont l'indexation a réussi) supérieurs à 95% pour une vitesse d'acquisition/indexation de 70 points par seconde.

Le traitement des données issues de l'EBSO a été réalisé soit avec la suite de logiciels Channel5 développée par la société Oxford (Figure 56), soit avec ATEX (Figure 57), qui est un logiciel libre développé au LEM3 [110]. Les cartes ont été corrigées avant exploitation, en supprimant les éventuelles erreurs d'indexation et en extrapolant les points non indexés sur une distance de 2 pixels maximum. Ces points étant essentiellement localisés aux joints de grains et au niveau de porosités, cela permet de corriger les points aux joints tout en laissant les porosités apparentes.

L'exploitation standard des données EBSD comprend l'analyse des cartes d'orientation et des figures de pôles associées. Plusieurs représentations des cartes peuvent être utilisées (Figure 56). Le contraste de bandes (BC) en niveaux de gris est une mesure de l'intensité moyenne du cliché de Kikuchi. Sensible à l'orientation mais surtout aux défauts cristallins, il permet d'obtenir une image fine de la microstructure polycristalline et des distorsions à l'intérieur des grains. Les orientations cristallographiques sont souvent représentées en couleurs selon une clé de lecture appelée figure de pôle inverse (IPF). Avec cette convention, une teinte correspond à la direction cristallographique parallèle à une direction macroscopique donnée ; dans l'exemple de la Figure 56 (dite IPF/Z) la teinte de chaque pixel indique ainsi l'orientation cristalline locale du cristal sous-jacent parallèle à une direction Z choisie par l'opérateur, en se basant sur la charte de couleurs donnée par le 'triangle des orientations'. Dans la littérature, la direction Z n'est malheureusement pas toujours précisée. Par défaut, il s'agit souvent de la normale au plan d'observation. Dans ce mémoire, Z correspondra souvent -sauf indication contraire- à la direction de construction. On peut aussi ne représenter que des lignes indiquant des iso-désorientations entre pixels voisins, pour faire ressortir des joints de grains particuliers (fortes et faibles désorientations, ou joints spéciaux (macles)). Plusieurs de ces représentations peuvent être superposées par transparence.

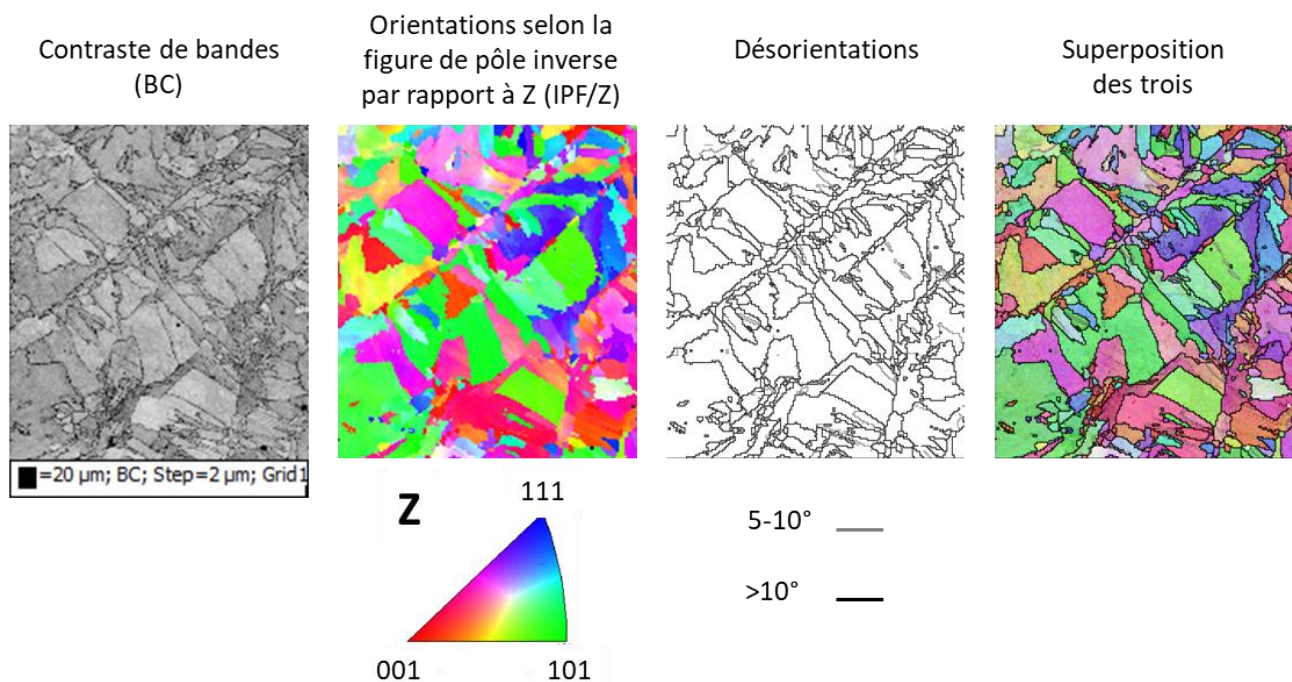


Figure 56 : Différentes représentations de données EBSD sous forme de cartes

Les grains (ou les sous-grains) peuvent être isolés par des lignes d'iso-désorientation fermées, ce qui permet d'effectuer une analyse quantitative du polycristal (distribution des surfaces diamètres, taux d'éclatement, etc. des grains). Il est important de noter que le résultat de l'analyse dépend de la désorientation choisie par l'opérateur, par ex. 6° ou 10° pour un grain.

La texture cristallographique est la distribution des orientations dans le matériau. Une orientation étant définie dans SO (3), cette distribution n'est pas facile à représenter. Dans ce travail, nous avons donc privilégié la représentation sous forme de figure de pôles, plus simple à lire et à interpréter. Une figure de pôles est la projection stéréographique de l'intersection entre la sphère unité et les pôles considérés. Par pôles, on entend les directions cristallographiques d'une famille [uvw] ou les normales aux plans d'une famille (hkl). Lorsque les données à représenter sont nombreuses, des lignes d'iso-densité sont utilisées. L'intégrale de la distribution étant normée à 1, une densité de 2 signifie que l'on trouve deux fois plus de pôles que dans un polycristal isotrope.

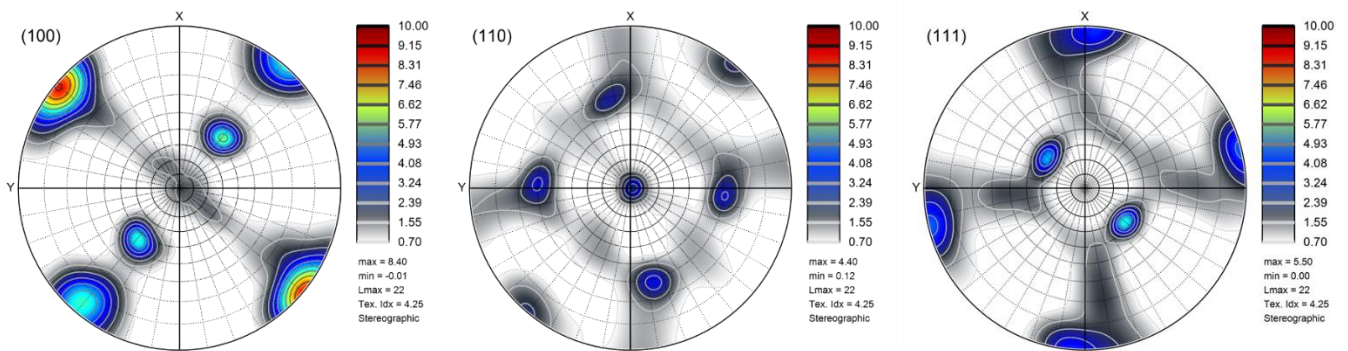


Figure 57 : Figures de pôles (100), (110) et (111) en iso-densité générées par le logiciel ATEX

La comparaison de textures peut s'effectuer qualitativement en comparant la position et la densité des pôles dominants par exemple, mais pour comparer les textures quantitativement, nous avons utilisé le moment d'ordre deux de la texture, aussi appelé « indice de texture », J . Ce dernier caractérise l'acuité de texture. Il est défini par la formule suivante :

$$J = \int f^2(g)dg$$

où $f(g)$ est la fonction de distribution des orientations (FDO) [109]. L'indice de texture est égal à 1 pour une microstructure parfaitement isotrope alors qu'il tend vers l'infini pour un monocristal. Il est à noter que ce paramètre n'est pas univoque, au sens où une même valeur de J peut correspondre à des textures de natures différentes (orientations préférentielles différentes). Inversement, la comparaison de l'intensité des textures de deux échantillons avec J n'a de sens que si celles-ci présentent les mêmes orientations préférentielles.

II.2.3.3. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) peut être utilisée pour déterminer les phases présentes ou la texture cristallographique dans un polycristal. Les surfaces couvertes en DRX étant souvent plus grandes qu'en EBSD, cette technique présente l'avantage d'être statistiquement plus représentative. En contrepartie, il s'agit d'une mesure globale qui ne peut rendre compte de la microstructure granulaire. Pour cela, on utilise un diffractomètre RX constitué d'une source de RX de longueur d'onde λ , d'une tête goniométrique qui permet d'orienter l'échantillon et d'un détecteur de photons.

Pour étudier les phases en présence, on déplace le détecteur de sorte à mesurer l'intensité diffractée pour un angle de diffraction 2θ . Le résultat est un diffractogramme (Figure 59) où chaque pic peut être identifié en utilisant la loi de Bragg (Figure 58) :

$$2d \cdot \sin \theta = n \cdot \lambda$$

où d est la distance entre deux plans cristallographiques {hkl} et n un nombre entier.

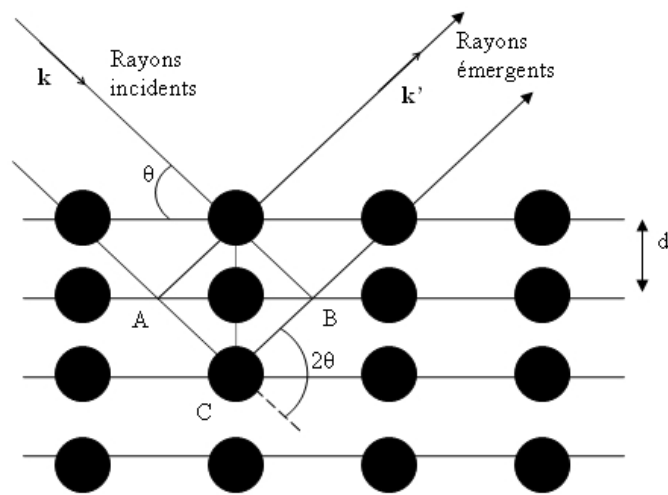


Figure 58 : Représentation des conditions de la loi de Bragg

Pour mesurer la texture, on place le détecteur de sorte à faire diffracter une famille particulière de plans (sélectionnée à partir du diffractogramme). On mesure ensuite l'intensité diffractée en plusieurs azimuts et déclinaisons, de sorte à couvrir un maximum de la sphère des pôles. Les figures de pôles incomplètes obtenues permettent de retrouver la fonction de densité de texture à l'aide de la méthode des harmoniques sphériques [111].

Dans ce travail, nous avons utilisé la DRX surtout pour mesurer la texture. La diffraction avec des rayons X a été faite avec une anode de cobalt donnant une distance de pénétration du faisceau dans la matière de quelques dizaines de microns.

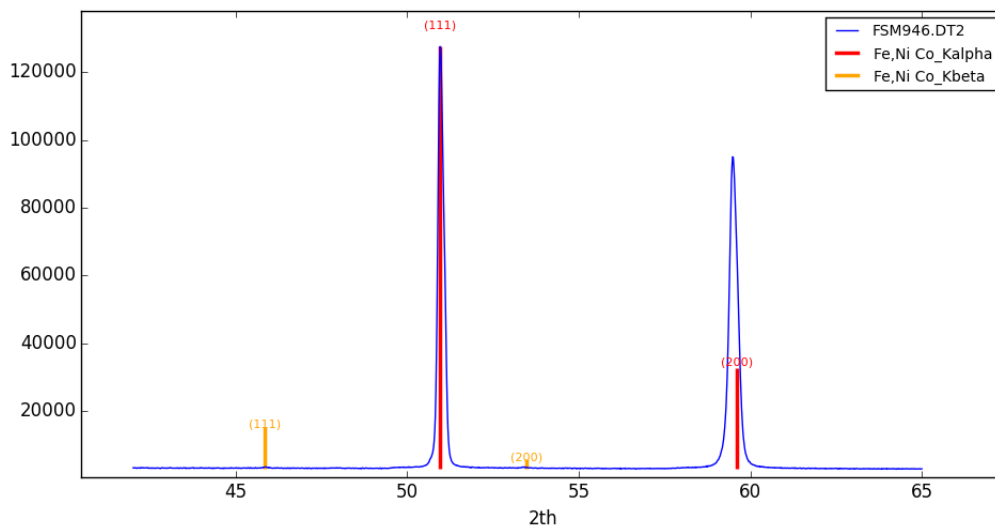


Figure 59: Diffractogramme sur un échantillon d'Inconel 625 recuit pendant 1 heure dans une température de 1100°C fait pour déterminer les phases en présence (en particulier la phase delta)

II.3. Caractérisation par propagation d'ondes ultrasonores

La seconde partie expérimentale de la thèse concerne la mesure de vitesses de propagation d'ondes ultrasonores, dans l'objectif de quantifier l'anisotropie élastique éventuellement présente dans les polycristaux bruts de fabrication additive (Chap. V). Celle-ci s'est fortement appuyée sur les compétences et les équipements disponibles au CEATech-LIST de Saclay avec l'aide du personnel du centre Digiteo, en particulier Jean-Baptiste Boy et sous la supervision de Nicolas Leymarie. Les échantillons testés sont un des parallélépipèdes et les gros cubes n°2 et n°9.

II.3.1 Propagation des ultrasons

Les ondes ultrasonores sont des ondes mécaniques dont la fréquence varie de 15 kHz à 10 THz. Toutefois, en contrôle non destructif standard, on utilise principalement des ondes de fréquences comprises entre 0,5 MHz et 25 MHz. Dans un milieu élastique infini, on distingue les ondes principalement selon deux grandes classes : les ondes longitudinales ou de compression et les ondes transversales (ou transverses) ou de cisaillement (Figure 60). Dans un matériau isotrope solide, les ondes longitudinales sont définies par une seule direction : leur direction de propagation, qui est alors la même que leur direction de polarisation. Ces ondes de pression ont la propriété de se propager également dans les milieux gazeux et liquides. Une onde est dite transversale si sa direction de vibration est perpendiculaire à sa direction de propagation. Donc elle est définie par deux directions (Figure 60). Ces ondes ne se propagent que dans les milieux solides.

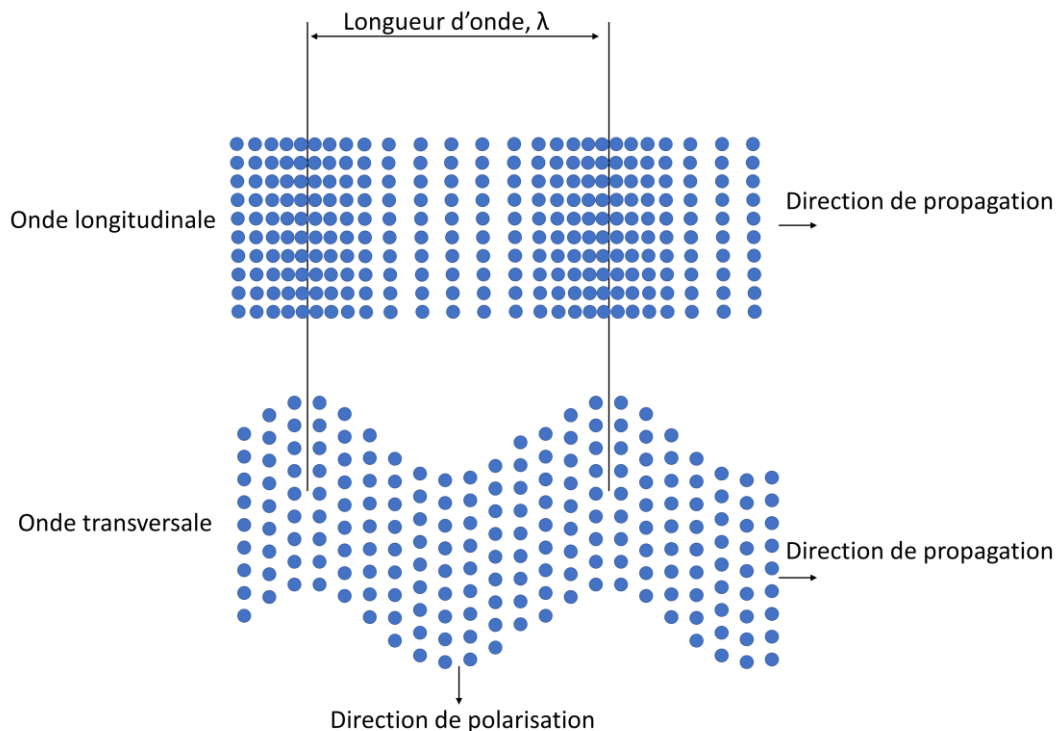


Figure 60: Représentation des directions de propagation et de polarisation des ondes ultrasonores longitudinales et transverses

Dans un matériau anisotrope, il existe trois ondes planes fondamentales, pour lesquelles les directions de propagation et de polarisation ne sont en général ni parallèles ni perpendiculaires [112]. L'angle entre ces deux directions est alors utilisé pour les catégoriser. L'onde quasi-longitudinale possède l'angle le plus petit (les directions de polarisation et de propagation sont presque alignées). Pour les deux autres ondes appelées quasi-transverses, l'angle est proche de 90°. La vitesse peut alors être utilisée pour les catégoriser, on parle alors d'onde quasi-transverse lente et d'onde quasi-transverse rapide. Les vitesses de phase de ces ondes planes varient en fonction de la direction de propagation et doivent, en général, être analysées numériquement en résolvant les équations de Christoffel (cf. Chap. I).

Afin d'étudier les caractéristiques d'une onde sous condition d'onde plane dans un milieu donné, il est important de pouvoir vérifier certaines hypothèses liées à la fois au milieu considéré mais aussi à la source ultrasonore (fréquence et dimension). Dans notre cas, les signaux ne peuvent être correctement interprétés que pour une gamme d'épaisseurs donnée. En effet, la zone proche du traducteur, appelée zone de Fresnel, est un lieu d'interférences (Figure 61). L'épaisseur, l , de cette zone dépend de la longueur d'onde de l'onde ultrasonore émise, ainsi que de l'ouverture de la source selon la relation suivante :

$$l = \frac{D^2}{4\lambda}$$

avec D l'ouverture (diamètre) de la source et λ la longueur d'onde.

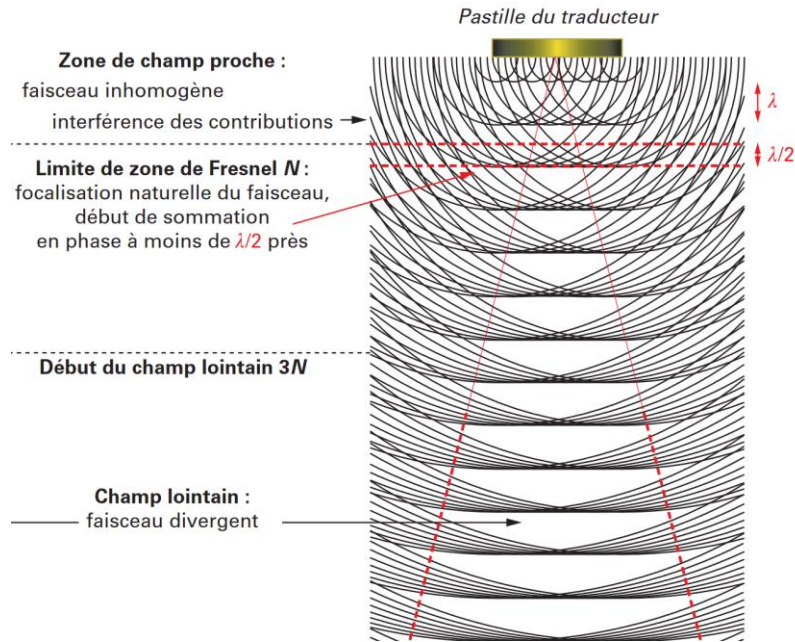


Figure 61: Intensité acoustique sur l'axe du faisceau [88,90]

Il existe plusieurs façons de réaliser et représenter les résultats de mesures ultrasonores. Parmi les plus communes, on trouve les acquisitions de type « A-scan », « B-scan » et « C-scan » (Figure 62). Dans un « A-scan », le traducteur et la pièce sont fixes (unique position ou tir) et la mesure correspond à un unique signal temporel. Le temps qui sépare un ou plusieurs échos permet de déduire la vitesse de propagation des ondes en connaissant les distances de propagations de chaque paquet d'onde.

Dans un « B-scan », la pièce ou le traducteur bouge dans une direction selon un même axe de déplacement. Les mesures correspondent à un ensemble de signaux visualisables comme une image en amplitude (position/Temps) pour lesquels il est alors possible d'observer les variations d'une position à l'autre ou d'extraire une moyenne pour réduire des incertitudes de mesures. Le 'déplacement x' peut aussi correspondre à une rotation autour de l'axe de propagation, comme ce sera le cas dans nos expériences.

Le « C-scan » correspond à une acquisition selon deux axes de déplacement. Cette acquisition est souvent visualisée comme une image du maximum du signal en temps pour chacune des positions selon les deux axes. Ce type d'acquisition n'a pas été utilisé dans ce travail.

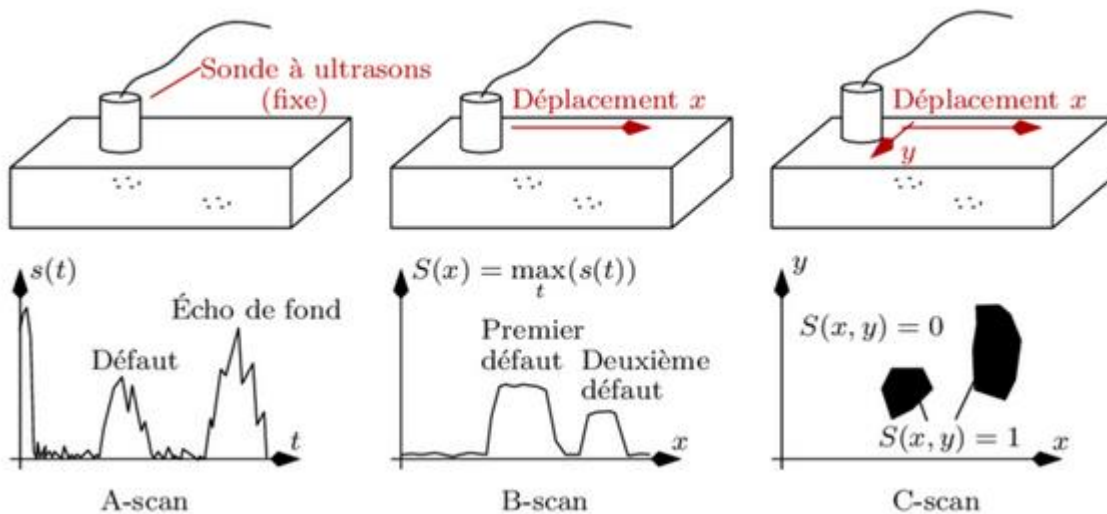


Figure 62 : Principe des "A-scan", "B-scan" et "C-scan" [113]

II.3.2 Dispositifs expérimentaux

Des dispositifs expérimentaux distincts ont été utilisés pour mesurer la vitesse de propagation d'ondes ultrasonores longitudinales et transverses. Ces mesures ont toujours été effectuées pour des directions de propagation principale selon les axes géométriques des composants (normales des faces des échantillons parallélépipédiques). Aucune mesure en incidence oblique n'a été réalisée. Notons que pour ce type de mesures, les ondes transverses sont un peu moins utilisées en CND mais ont l'avantage d'être plus sensibles à l'anisotropie élastique.

Deux transducteurs piézoélectriques cylindriques mono-éléments fabriqués par Olympus, de fréquence 5MHz et d'ouverture (diamètre) de 6,35 mm ont été utilisés. Pour chaque type d'onde, il y a une paire de capteurs associés : un émetteur et un récepteur. Pour assurer une bonne précision de la mesure deux configurations ont été utilisées pour chaque mesure.

- Pulse-écho : Le transducteur émetteur est aussi utilisé comme récepteur. Le temps de vol correspond alors à un (ou plusieurs) aller-retour du train d'onde.
- Transmission : Le signal est enregistré par un second transducteur placé à l'opposé de l'émetteur. Le temps de vol correspond à l'épaisseur de la pièce.

L'écart entre les deux configurations, moyenné sur l'ensemble des mesures, est de 0,26 μ s montrant une bonne répétabilité de la mesure.

II.3.2.1. Mesures par ondes ultrasonores longitudinales

La mesure des vitesses des ondes longitudinales est une procédure plus simple que celle des ondes quasi-transverses. Elles peuvent facilement être générées et sont moins atténuées que les ondes de cisaillement dans les milieux polycristallins en général. De plus la transmission se faisant également dans les liquides, elles peuvent être faites par immersion. Sous l'hypothèse où X, Y et Z sont des axes de symétrie matériel, la direction de propagation de l'onde de pression est semblable à la direction de polarisation. Seule la direction de propagation est alors utilisée pour caractériser les mesures de vitesse des ondes longitudinales.

Le montage utilisé pour la mesure de vitesse de propagation des ondes longitudinales est représenté sur la Figure 63.a. Le dispositif travaille en immersion dans l'eau et sans contact entre l'échantillon et les transducteurs (capteur Olympus de référence V120). La méthode de contrôle correspond dans ce cas à une caractérisation en transmission et incidence normale, où les ondes longitudinales générées par le transducteur sont émises selon trois directions X, Y et Z du parallélépipède puis détectées par le transducteur récepteur positionné en face comme illustré Figure 63.

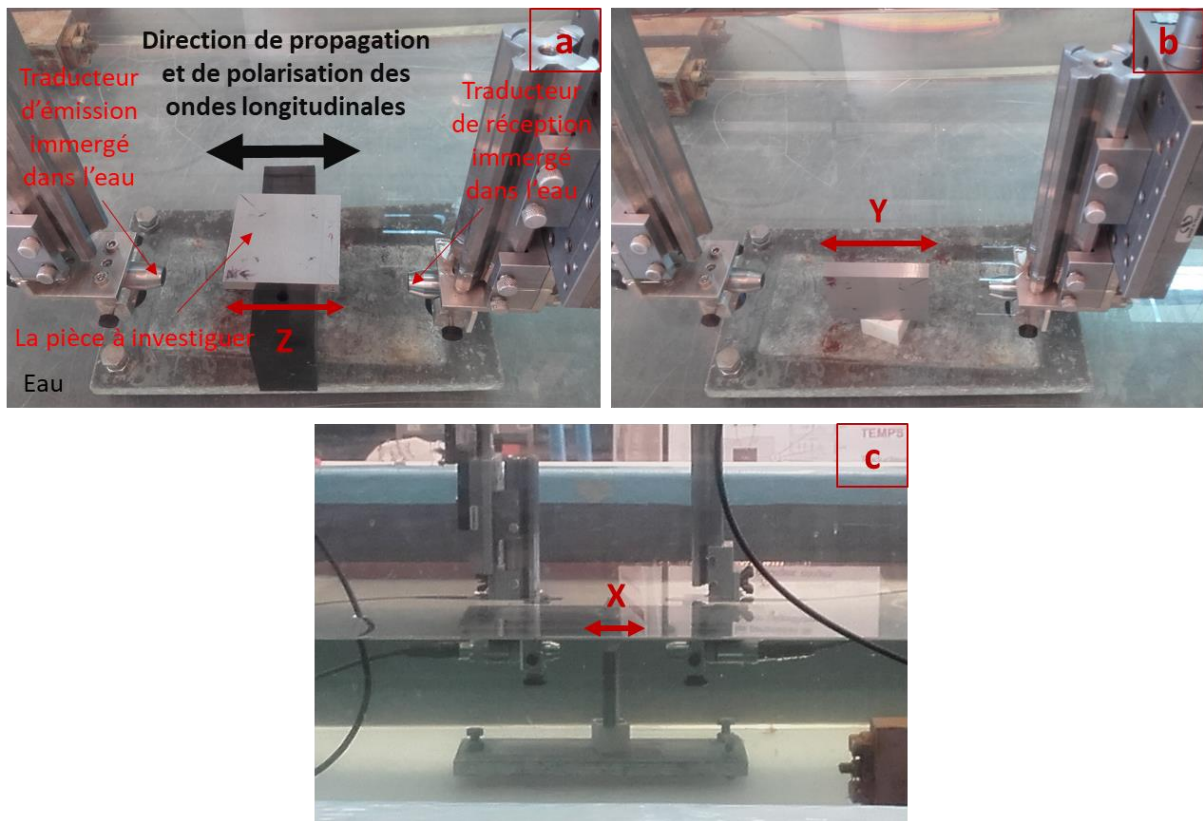


Figure 63 : Disposition du parallélépipède dans les trois directions de propagation des ondes longitudinales ; a) direction Z ; b) direction Y ; c) direction X

La Figure 64 montre un résultat typique obtenu avec un signal A-scan (amplitude, temps).

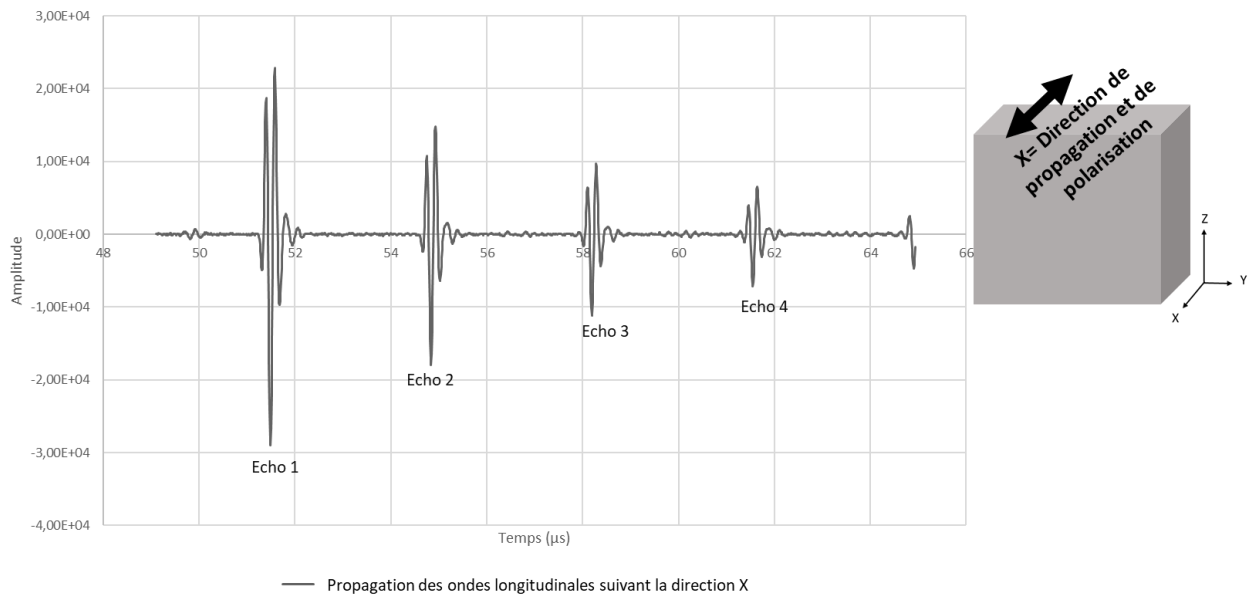


Figure 64 : Exemple de signal acquis avec des traducteurs immergés dans de l'eau en mode de transmission dans la direction X

On voit ici quatre échos que le traducteur récepteur a pu détecter lorsque les ondes ultrasonores longitudinales voyagent tout au long de la dimension X de l'échantillon. L'écho n°1 correspond au front d'ondes ayant été transmis directement selon une simple transmission, les autres échos correspondent aux contributions issues de rebonds multiples avec un aller-retour (AR) pour l'écho 2, 2 AR pour l'écho 3 et ainsi de suite. Le temps de vol entre chaque écho correspond donc à une propagation des ondes sur une distance de deux fois l'épaisseur dans la dimension considérée.

L'amplitude de chaque écho diminue progressivement à cause notamment de l'atténuation (diffusion par la microstructure), des réfractions/réflexions aux interfaces (solide/fluide) et de la divergence du faisceau ultrasonore.

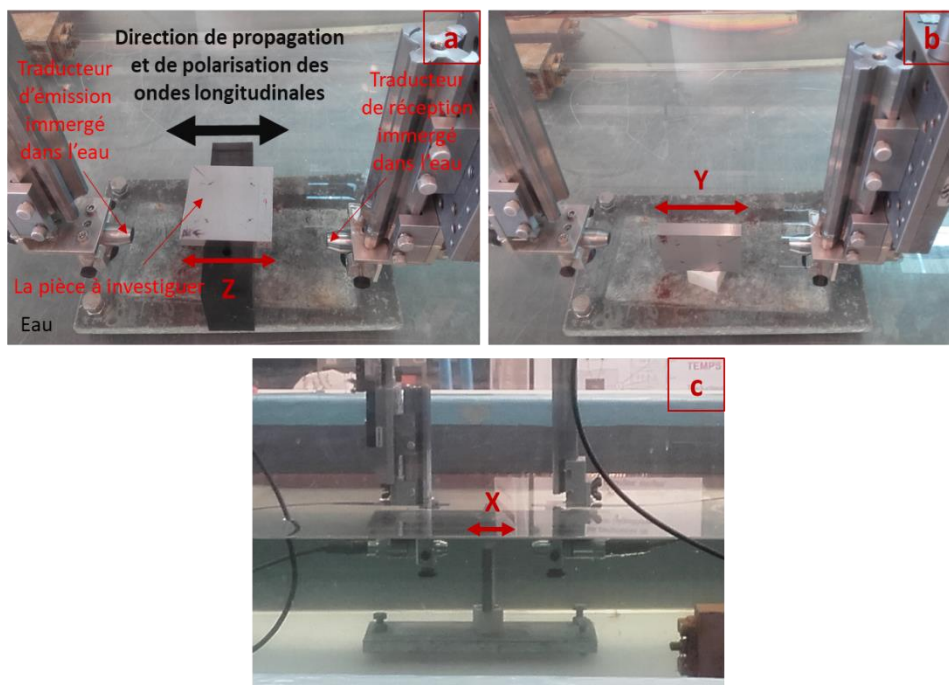
II.3.2.2. Mesures par ondes ultrasonores transverses

Dans un matériau isotrope, la vitesse des ondes transverses est indépendante de la direction de propagation. Par contre, dans un matériau anisotrope, les vitesses des ondes quasi-transverses lente et rapide dépendent à la fois des directions de propagation et de polarisation. Cette caractéristique particulière des ondes transverses a été exploitée dans cette étude pour caractériser l'anisotropie élastique dans l'échantillon.

La Figure 65 montre le dispositif utilisé pour la mesure de la propagation des ondes transverses. Des transducteurs d'ondes transverses au contact direct (capteurs Olympus V115) ont été utilisés en mode transmission. Le contact était assuré par le biais de deux pièces de support équipées de ressorts de sorte à garantir une pression constante et garantir la répétabilité des mesures. Le couplage de contact entre les traducteurs et les surfaces des échantillons a été assuré au moyen d'un couplant à ondes de cisaillement SWC d'Olympus.

L'état de surface brut des pièces issues de l'AM-SLM est caractérisé par une certaine rugosité qui peut empêcher un bon contact entre le couplant et la surface, entraînant un bruit sur les signaux des ondes ultrasonores. Pour éviter cela, les surfaces des échantillons qui étaient trop rugueuses ont été rectifiées.

Le montage présenté dans la Figure 65 permet de tourner l'échantillon manuellement de manière à modifier l'angle fait entre la direction de polarisation et le repère échantillon. Dans notre étude, la vitesse de propagation des ondes transverses a été mesurée dans les trois directions X, Y, Z des échantillons, principalement pour des angles de polarisation prenant les valeurs 0° , 45° et 90° .



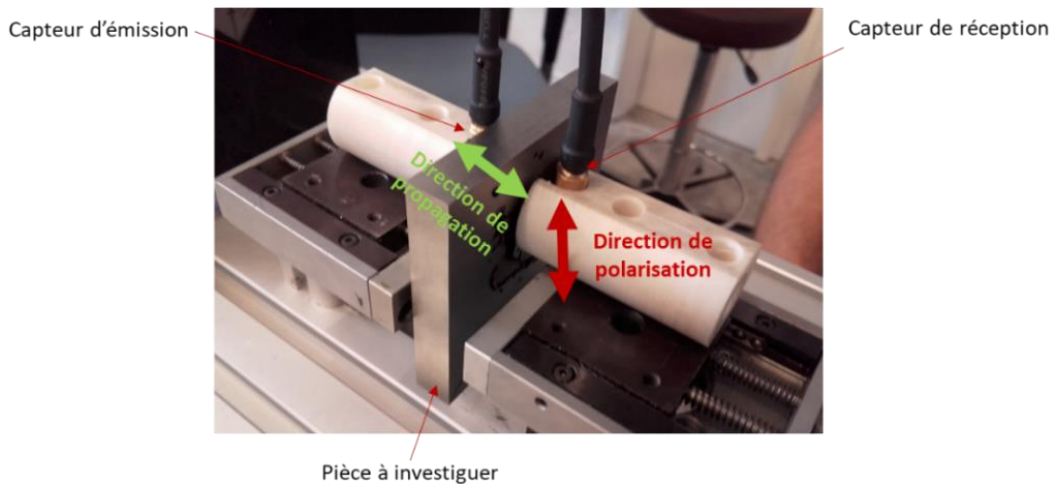


Figure 65: Illustration du montage utilisé pour la mesure des vitesses de propagation des ondes transverses dans le cas du parallépipède testé dans la direction X (épaisseur), avec une direction de polarisation Z (direction de construction)

La Figure 66 montre l'exemple d'une propagation des ondes transverses dans la direction Z selon trois directions de polarisation : X, X+Y, et Y (respectivement Figure 66. a, b et c). A chaque polarisation, un A-scan a été enregistré. Un B-scan a aussi été enregistré. La mesure a été effectuée pendant que la pièce était tournée manuellement aussi régulièrement que possible dans le montage sur une amplitude de 90°. Cette manipulation a permis de mettre en évidence la coexistence des deux modes d'ondes rapide et lente.

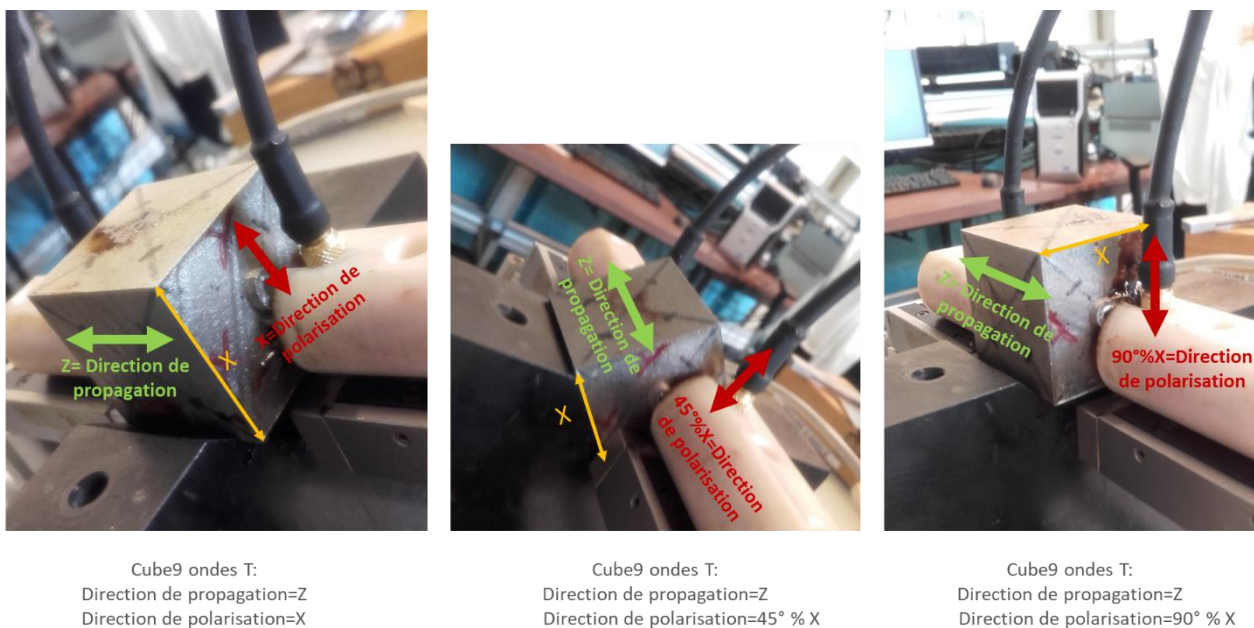


Figure 66: Mesures des vitesses des ondes transverses sur le cube 9 dans la direction de propagation Z et avec trois directions de polarisation différentes

II.3.3 Analyse des données de propagation des ondes ultrasonores

Le calcul des vitesses se fait à partir de la mesure du temps de vol des A-scans et de celle des épaisseurs. Les épaisseurs ont été mesurées au comparateur à affichage digital en 5 points pour chaque dimension. La valeur moyenne sert de valeur de référence et l'écart type permet d'évaluer l'incertitude de mesure.

Pour les mesures de temps de vol, Δt , nous avons parfois utilisé le logiciel CIVA développé par le CEA-LIST et ses partenaires et distribué par la société EXTEND. Ce logiciel permet, entre autres,

d'analyser les A-scan, B-scan et C-scan suivant différentes modalités mais aussi de calculer les conditions de propagation d'ondes ultrasonores dans une pièce de géométrie et rigidité définies (cf. Chap. I).

Sur les données d'acquisition, CIVA a été utilisé comme outil d'analyse pour déterminer la courbe enveloppe moyenne et ainsi mesurer facilement le temps de vol entre deux trains d'ondes. Cela permet d'assurer une reproductibilité de la mesure des temps de vol à 0,15 µs près. L'enveloppe moyenne est obtenue à partir de la valeur absolue du signal brute comme illustré sur l'exemple de la Figure 67.

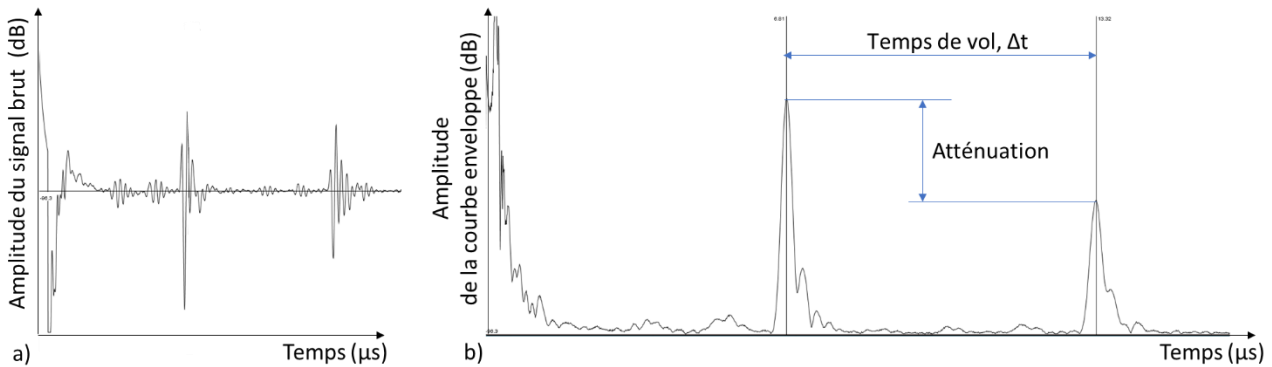


Figure 67: a) A-scan initial et b) même signal après l'application de l'enveloppe moyenne et mesure du temps de vol entre deux maximums successifs

Lorsqu'un train d'onde est envoyé, plusieurs échos sont mesurés mais avec une atténuation. Ainsi, pour améliorer encore la précision de la mesure de temps de vol, un maximum d'échos possibles a été utilisé. L'écho de début étant dans la zone de Fresnel, il a systématiquement été ignoré. Pour les ondes transverses seuls les deux premiers échos étaient suffisamment clairs pour être exploitables, mais pour les ondes longitudinales, jusqu'à 4 échos ont pu être utilisés.

L'incertitude sur la vitesse a été calculée comme la somme des incertitudes relatives sur le temps de vol et sur les dimensions des pièces (distance parcourue par le train d'onde) :

$$\text{Incertainitude sur la vitesse} = \left(\frac{\text{Incertainitude sur le temps } \Delta t}{\text{temps } t} + \frac{\text{Incertainitude sur la distance } \Delta d}{\text{distance } d} \right) \cdot \text{Vitesse}$$

La précision de mesure d'un temps avec la méthode utilisée est de 0,15 µs qui doit être divisé par le nombre de temps de vol utilisés (divisé par 2 pour 3 échos, par exemple). L'incertitude sur la distance a été calculée de la manière suivante : $\Delta d = \frac{2 \cdot \text{Ecart type}(d)}{\sqrt{n}}$; avec n correspondant aux 5 mesures faites au comparateur.

Chapitre III : Caractérisation de la microstructure et la texture de SLM

Les paramètres et stratégies employés en fabrication additive relèvent encore beaucoup du savoir-faire et sont souvent couverts par le secret industriel. Les pièces que nous avons reçues ne font pas exception. Par contre, nous allons voir à travers ce chapitre et le suivant comment les analyses de microstructure peuvent permettre de retrouver une partie de la stratégie de lasage et certains paramètres du procédé.

Ce chapitre est consacré à la description et à la compréhension des microstructures et des textures cristallographiques obtenues par fabrication SLM standard de pièces en Inconel 625. Nous entendons par « standard » une fabrication dans les conditions (non communiquées) proposées par le fournisseur. Ces conditions sont celles utilisées pour les parallélépipèdes et pour les cubes n°2 du Tableau 1 du Chapitre II : balayage croisé, puissance 100%, focus standard, vitesse 100%. Pour aider à la compréhension, nous utiliserons aussi des observations faites sur les cubes n°9, qui sont fabriqués avec les mêmes paramètres de lasage, si ce n'est que le balayage était unidirectionnel (cf. Chap. II). Les effets apportés par une modification des autres paramètres de lasage seront plutôt traités dans le chapitre 4. En outre, une comparaison des microstructures et textures cristallines en fonction de la géométrie des échantillons (parallélépipède, petit et gros cubes) sera faite. Nous présenterons également en fin de ce chapitre les résultats d'une courte étude réalisée en début de thèse et destinée à caractériser la stabilité de la microstructure brute de fabrication vis-à-vis de la recristallisation et de la précipitation des composés intermétalliques.

III.1. Microstructure

III.1.1. Bains de fusion

L'étude des bains de fusion des pièces fabriquées en condition standard (parallélépipède et cube n°2) permet d'en apprendre plus sur la stratégie de lasage et les paramètres associés. Les observations ont été faites par microscopie optique après attaque électrolytique, selon des plans parallèles (plan XY) et perpendiculaires (plan XZ) à l'empilement des couches (Figure 68.a).

La microstructure observée à faible grandissement en coupe transverse du parallélépipède (Figure 68.b) montre clairement l'empilement des ex-bains de fusion. La Figure 68.c montre la structure des bains de fusion observée dans un plan proche du plan de lasage. Le croisement à 90° des trajectoires de balayage se traduit par une morphologie caractéristique, enchevêtrée et irrégulière.

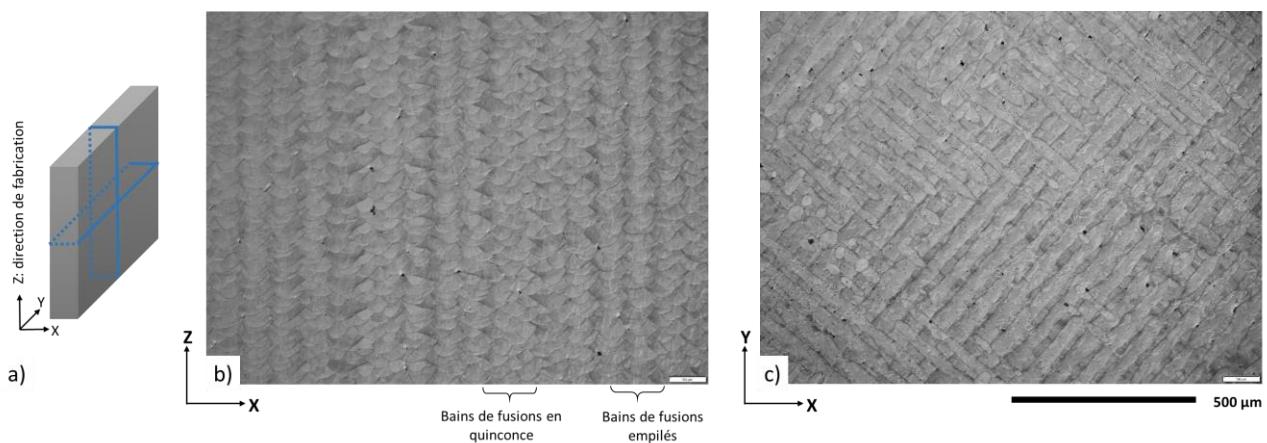


Figure 68 : (a) Schéma de prélèvement des échantillons dans le parallélépipède ; observation des ex-bains de fusion dans les plans $\sim XZ$ (b) et $\sim XY$ (c) de l'échantillon parallélépipédique après une attaque électrolytique

La méthode des intercepts a été utilisée pour mesurer l'épaisseur des couches et la distance inter-bains. L'épaisseur moyenne des couches est de 22 μm selon la direction d'empilement. La distance moyenne inter-bains de fusion a été mesurée à partir de micrographies dans deux plans. Elle est respectivement de 78,2 μm dans le plan XZ et de 58,6 μm dans le plan XY.

Dans le plan XZ, les bains de fusion peuvent apparaître empilés régulièrement par endroit alors qu'ailleurs, ils sont plutôt en quinconce (Figure 68.b). De même, un enchevêtrement est observé dans le plan XY où par endroits le lasage à 45° recouvre celui à 135° et inversement (Figure 68.c). Cela est dû à un artefact lié à la coupe qui n'est jamais parfaitement alignée avec les directions X ou Z. La Figure 69 présente un schéma explicatif qui montre qu'un léger désalignement du plan d'observation change la distance inter-bains apparente. Cette figure présente le lasage de deux couches successives dans le plan XY (en vert et en bleu). L'intersection du chemin de lasage avec un plan de coupe à θ° de X permet de positionner le centre des bains de fusion (lignes pointillées) dans le plan (X+ θ) Z. Lorsque le plan de coupe est à un angle θ de X, les angles formés entre les directions de lasage sont $45 \pm \theta^\circ$ ce qui change la distance inter-bains de fusion d'une couche à l'autre. Partant du principe que les empilements de bains se retrouvent séparés par x bains en quinconce, on peut en déduire l'équation suivante :

$$\frac{x}{\cos(45 - \theta)} = \frac{x + 1}{\cos(45 + \theta)}$$

qui permet, en comptant le nombre de bains en quinconce séparant deux empilements de bains successifs, d'estimer le désalignement θ entre le plan de coupe et X. Sur la Figure 68, $x \approx 6-8$, ce qui correspondrait à un désalignement de 3-4°. Ce désalignement peut être utilisé pour en déduire l'incertitude de mesure de largeur des bains dans le plan XZ (mais aussi pour corriger les erreurs d'alignement pour les mesures de texture). On peut ainsi déduire le sens de rotation, selon que l'une ou l'autre des relations ci-dessous est vérifiée :

$$78,2 \mu\text{m} \times \cos(45 - 4) \approx 58,6 \mu\text{m} \text{ ou}$$

$$78,2 \mu\text{m} \times \cos(45 + 4) \approx 58,6 \mu\text{m}$$

et en déduire le sens de rotation. Ceci met aussi en évidence que le premier facteur d'imprécision dans la mesure de la largeur des bains est le désalignement entre plan d'observation et référentiel lié au procédé.

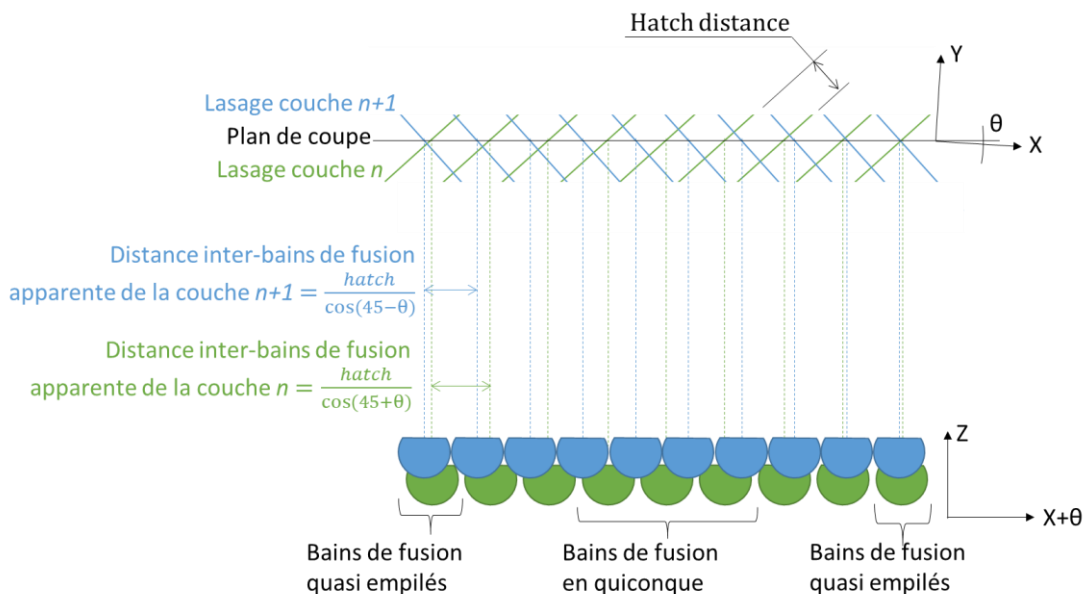


Figure 69 : Représentation schématique du lasage dans le plan XY pour deux couches successives, et des bains de fusion correspondants observés dans un plan désorienté de 3° par rapport à X.

Les autres pièces fabriquées en condition standard sont les petits et grands cubes n°2. Ils ont été produits sur une machine SLM®500 alors que les parallélépipèdes l'ont été sur une machine EOS®M270. L'étude des bains de fusion dans le plan XY a montré que le lasage n'alterne pas à 45/135° mais à 56/146°, avec la conséquence que les coupes XZ présentent principalement des bains de fusion en quinconce. Ainsi pour mesurer la distance inter-bains et l'épaisseur des bains, le cube n°9 fabriqué en stratégie unidirectionnelle a été privilégié. La Figure 70 montre l'image des bains de fusion dans le plan du balayage laser du petit cube n°9. Les cordons du balayage sont inclinés à 56° de la direction X.

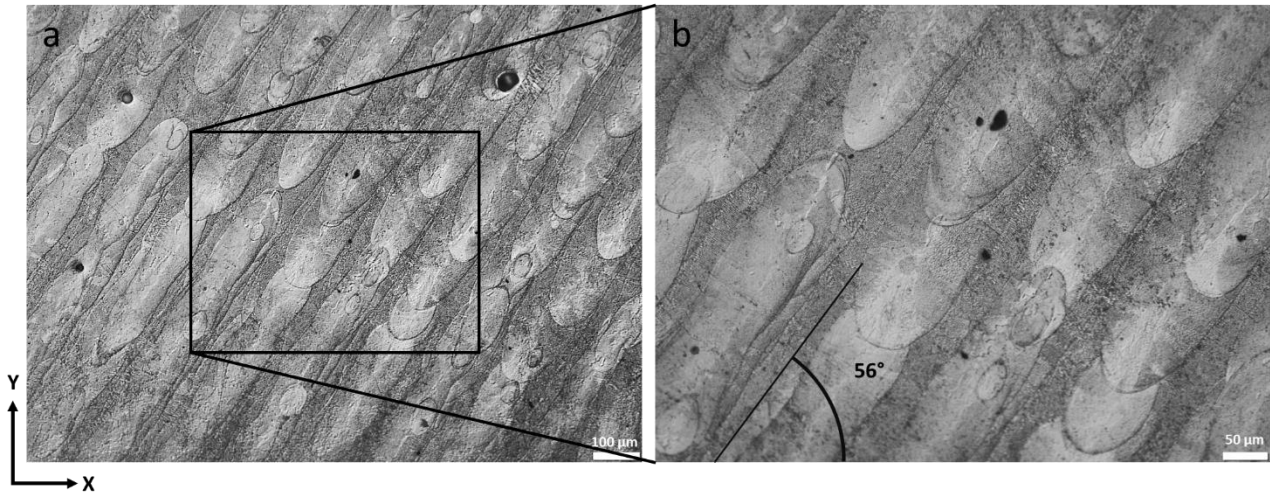


Figure 70: Images par microscope optique du plan XY du petit cube 9 (réalisé par un balayage unidirectionnel) après attaque électrolytique

Dans le plan XZ (Figure 71), les cordons sont empilés mais présentent une asymétrie qui est liée au balayage laser. Un bain central recouvre partiellement son voisin de droite mais est recouvert par celui de gauche, ce qui permet d'en déduire l'ordre du passage du laser (de la droite vers la gauche). Cette micrographie laisse aussi apparaître la structure de solidification. Le centre des bains apparaît plus clair que les régions entre bains, ce qui s'explique par une différence de microstructure que nous préciserons dans la section § III.1.4.

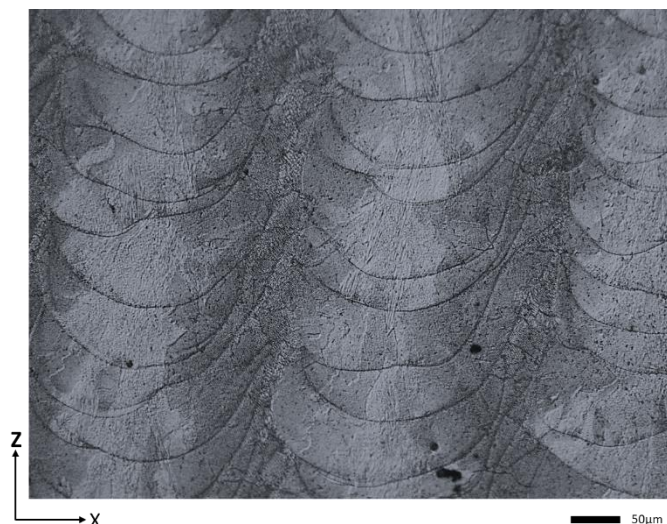


Figure 71 : Micrographie optique des plans XZ du petit cube 9 attaqué électrolytiquement

Des observations dans un plan contenant la direction de lasage et d'empilement ont été utilisées pour quantifier les distances inter-bains de fusion et épaisseurs de couches (schéma de prélèvement en Figure 72)

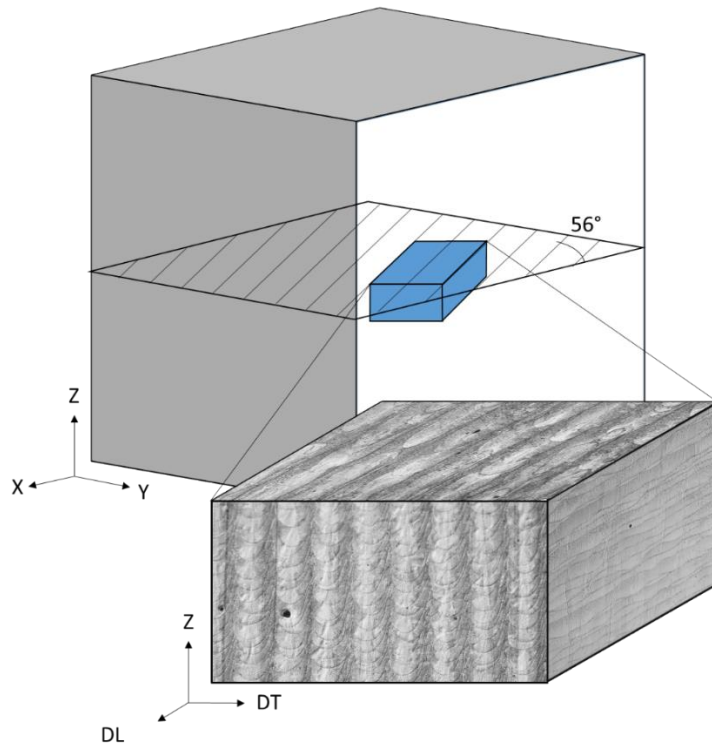


Figure 72 : Schéma du prélèvement d'un échantillon parallèlement aux directions de lasage

Les micrographies optiques correspondantes sont données sur la Figure 73. On peut noter que la microstructure y est plus régulière que sur une coupe arbitraire et qu'elle est plus irrégulière selon l'axe Z que selon les deux autres directions.

La distance moyenne inter-bains de fusion est de $132\ \mu\text{m}$ (soit environ 2,3 fois plus que pour la EOS[®]M270). L'épaisseur moyenne des couches est de $51,3\ \mu\text{m}$ (soit également 2,3 fois plus que pour la EOS[®]M270). Cela s'explique par la différence de puissance laser des machines. Même si les paramètres exacts employés pour fabriquer les pièces ne nous ont pas été communiqués, on sait d'après les catalogues constructeurs que les lasers de la SLM[®]500 sont 2 à 7 fois plus puissants que ceux de la EOS[®]M270. Le fabricant a donc probablement utilisé une règle de proportionnalité pour ajuster les paramètres de fabrication des deux équipements.

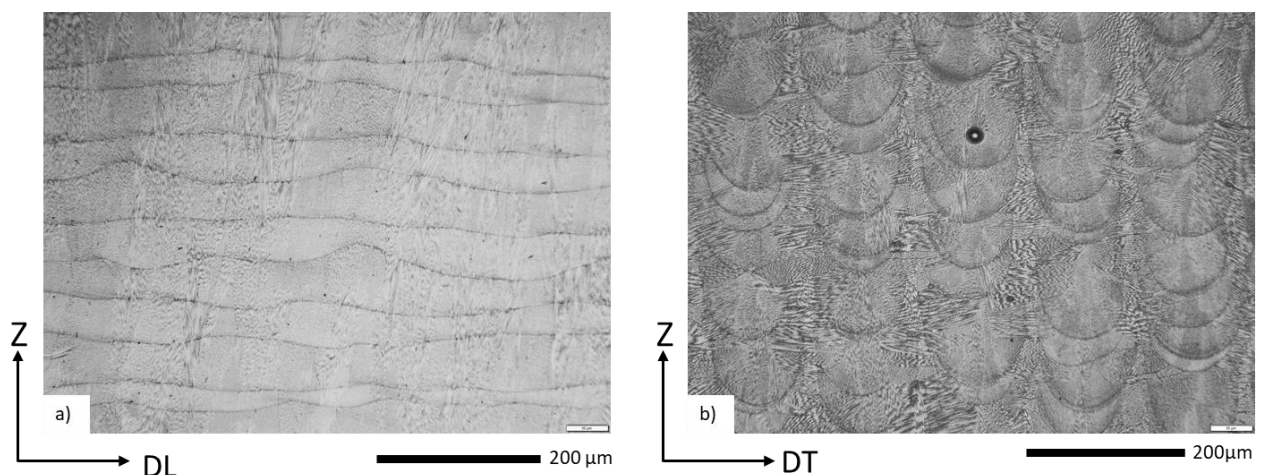


Figure 73: Micrographies optiques du petit cube 9 prises selon des plans parallèles à la direction de construction et parallèles (a) ou perpendiculaires (b) à la direction de déplacement du laser

Plusieurs éléments microstructuraux permettent de déduire la stratégie de lasage employée. Sur la Figure 73.a, les structures colonnaires traversent les différentes couches de manière continue tout en

étant inclinés par rapport à Z. Cela indique que le gradient thermique est probablement resté dans la même direction d'une couche à l'autre. Intuitivement, on peut penser qu'un changement dans la direction de lasage d'une couche à l'autre s'accompagne d'un changement de direction de croissance (au moins pour quelques grains). Ce phénomène est illustré sur la Figure 74.

A ce sujet, la littérature est extrêmement parcellaire. Le plus souvent, la stratégie est décrite dans le plan de lasage seul. L'omission de ce type de précision nous contraint à penser que la première stratégie de la Figure 74 est utilisée. On peut même citer le cas du papier de Li et al. où la stratégie est explicitement décrite avec une direction de lasage identique alors que les microstructures en coupe transverse présentent un changement de la direction de croissance [47].

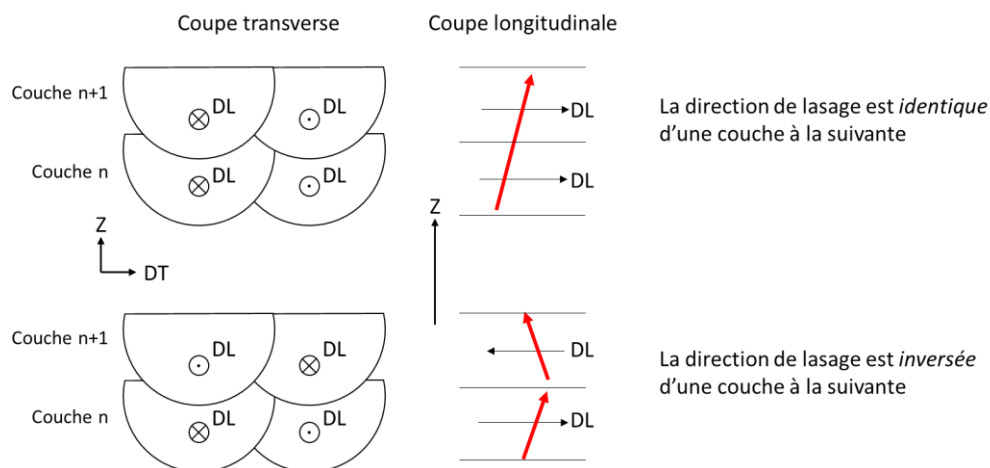


Figure 74 : Deux stratégies de lasage unidirectionnel différentes. Lorsque les conditions thermiques sont telles que la croissance se fait avec une inclinaison par rapport à la direction de lasage, la stratégie qui conserve la direction de la lasage favorise la croissance continue des grains colonnaires alors que celle qui l'inverse devrait avoir tendance à introduire plus de rupture dans la croissance.

Un autre marqueur microstructural permet de compléter notre compréhension du lasage dans le plan de lasage mais aussi d'une couche à l'autre. En effet, les cubes fabriqués avec une stratégie unidirectionnelle présentent plusieurs lignes inclinées visibles directement à l'œil nu sur les 6 faces des cubes (Figure 75.a et b).

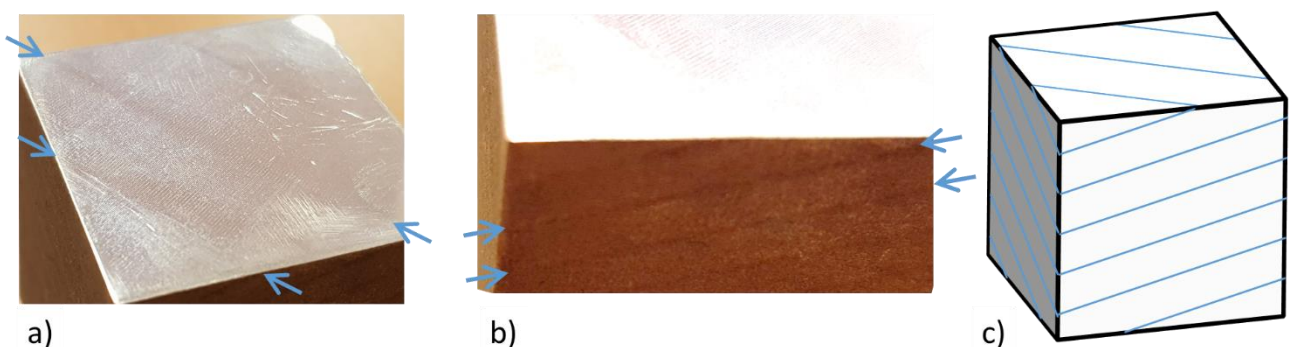


Figure 75 : Lignes visibles sur les cubes en balayage unidirectionnel a) dans le plan XY, b) dans le plan XZ c) schéma illustrant la répartition des lignes sur le cube en perspective.

Ces lignes espacées régulièrement correspondent à l'intersection de plans avec le cube (Figure 75.c). Autrement dit, il y a continuité de ces lignes lorsque l'on passe d'une face à l'autre. Dans le plan XY, ces lignes sont perpendiculaires à la direction de lasage et sont espacées de 10 mm. La microstructure sous-jacente permet d'expliquer leur origine. Sur la micrographie Figure 76.a, on observe à l'endroit de la ligne une rupture dans les bords de fusion. Cela est donc le résultat d'une discontinuité dans le passage du laser et peut correspondre au moment où le laser fait demi-tour (stratégie de lasage dite

en « stripe »). Plusieurs conséquences ont été relevées dans la littérature à ce sujet [114] : topologie de surface, modification de la microstructure. L'inclinaison apparente dans le plan XY est le résultat d'un décalage des allers-retours à chaque couche. L'inclinaison est de 18° dans le plan parallèle au lasage. Ce décalage est donc d'environ $150\ \mu\text{m}$ (Figure 76.b). Il y a vraisemblablement un recouvrement entre les différents passages, mais l'étude microstructurale n'a pas permis de déterminer sa taille. Lorsque nécessaire, nous ferons référence à ces lignes sous le nom de lignes de « stripping » dans la suite.

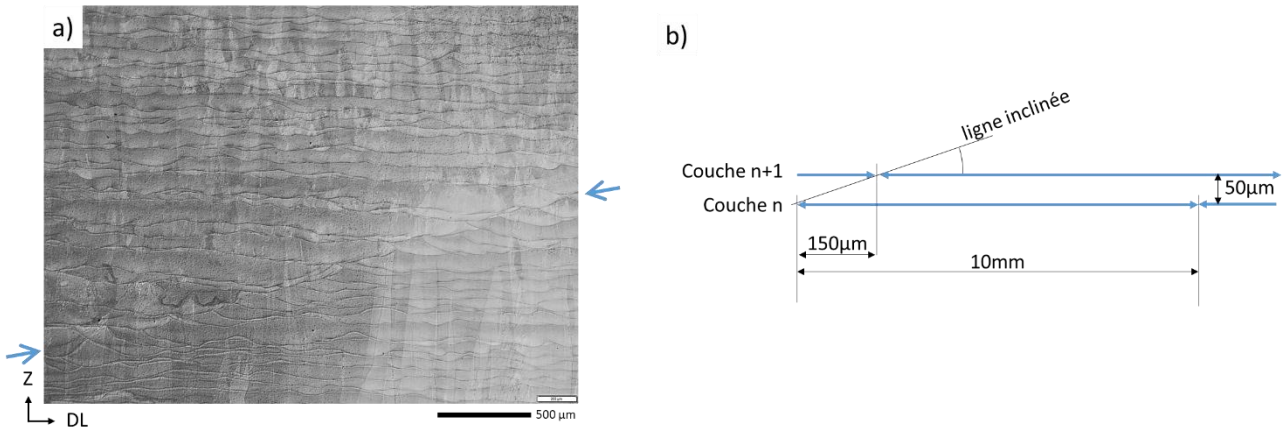


Figure 76 : a) observation des bains de fusion à l'endroit où est située une ligne visible en surface ; b) schéma expliquant comment les couches successives laissent apparaître la ligne de « stripping ».

III.1.2. Structures de solidification

La microstructure de solidification, déjà discernable sur les micrographies optiques des bains de fusion, est illustrée à plus forts grossissements sur la Figure 77 (imagerie MEB par électrons rétrodiffusés). Elle présente une structure de solidification de type cellulaire, caractérisée par des bras dendritiques primaires croissant parallèlement, sans émission de bras secondaires. Cette microstructure très fine (diamètre moyen des cellules de l'ordre du micron) est typique de pièces métalliques fabriquées en SLM, pour lesquelles les gradients thermiques et les vitesses de déplacement des fronts de solidification sont élevés [75]. Le contraste obtenu en électrons rétrodiffusés provient d'une ségrégation des éléments d'alliage entre solide et liquide. La structure est trop fine pour réaliser une analyse chimique pertinente par EDS. Le contraste plus clair de l'extérieur des cellules est cependant en accord avec un enrichissement du liquide en niobium. Cet élément lourd présente le plus faible coefficient de partage des éléments d'alliage dans l'inconel 625, comme mesuré par Hu et al. [115]. Li et al. [47] ont aussi rapporté que de fines particules intermétalliques γ'' (Ni_3Nb) ont été trouvées dans la matrice NiCr à l'état brut de SLM, puis redissoutes dans la matrice à l'état traité thermiquement. Amato et al. [116] ont aussi à leur tour repéré des précipités γ'' présents à l'état brut de fabrication par EBM et SLM. En revanche, contrairement à ces mêmes auteurs, ni nos observations MEB à grossissement maximal ni nos analyses par DRX, n'ont permis de détecter de seconde phase grossière (phase δ ou phase de Laves) dans les espaces intercellulaires. Ce désaccord peut s'expliquer par le fait que le procédé utilisé par Hu et al. [115] (projection de poudre fondue par laser) est associé à des bains de fusion plus larges et des vitesses de refroidissement plus faibles qui conduisent à des structures de solidification plus grossières. D'autres études sur les Inconel 718 ou 625 ont également signalé l'absence de ces phases après fabrication SLM, confirmant par contre les microségrégations de certains composés chimiques (comme le niobium) dans des zones interdendritiques en raison du processus de solidification rapide. Comme il a été dit, nous n'avons pas cherché à détecter la présence de phase γ'' , voire γ' , à des échelles plus fines.

La Figure 77.b, où le contraste cristallin est marqué, montre que la taille des grains est bien supérieure

à celle des cellules et que l'alignement des cellules intragranulaires est la marque d'une croissance orientée. Nous traiterons plus particulièrement ce point dans le §. III.4 en utilisant plutôt la technique d'EBSD pour l'identification des grains.

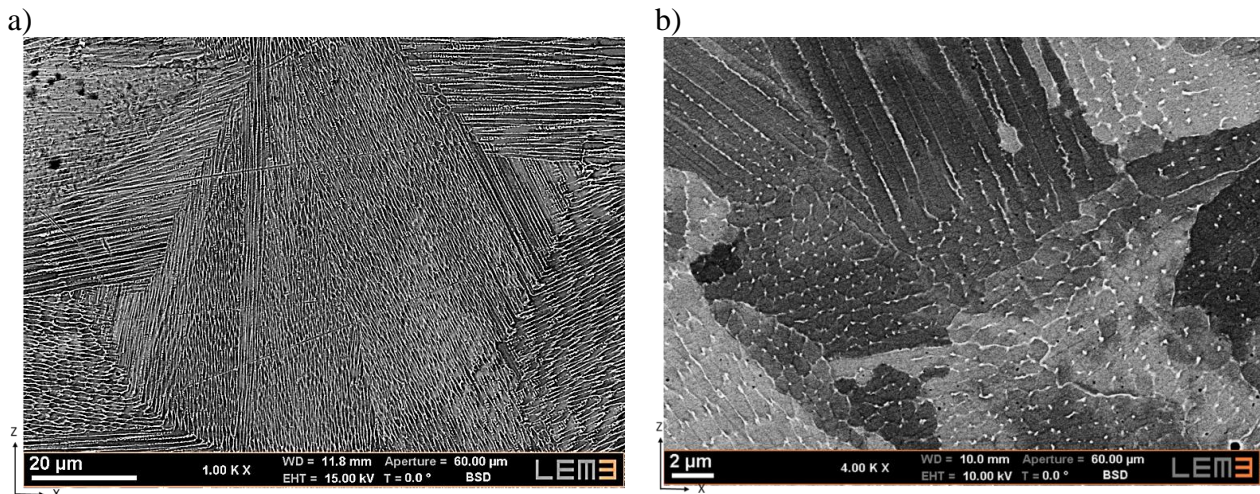


Figure 77 : Structures de solidification observées en MEB en mode d'électrons rétrodiffusés selon des plans XZ du parallélépipède (a ; le centre de l'image est sensiblement au centre d'un bain de fusion) et du petit cube 2 (b)

Comme illustré Figure 77.a, les conditions de fabrication standard conduisent à une taille de structure de solidification relativement homogène. Ce n'est pas le cas pour le balayage unidirectionnel, pour lequel les zones entre bains de fusion apparaissent plus grossières que celles au centre des bains (cf. Figure 78).

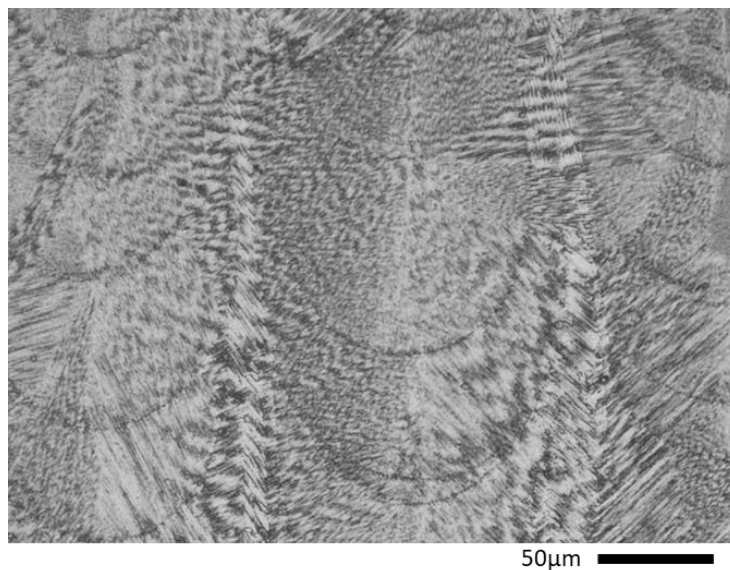


Figure 78: Différence entre tailles de structures de solidification au centre et entre les bains de fusion

Cette observation est surprenante, dans la mesure où on pourrait s'attendre à observer des structures plus fines en début de solidification (pourtour des bains de fusion) -lorsque le gradient thermique est plus élevé- qu'en fin de solidification (centre des bains) -lorsque le gradient est plus faible. De plus, la transition entre ces zones n'apparaît pas continue, mais assez abrupte. Une explication possible serait que ces zones correspondent pour la plus fine à la partie du matériau qui a eu le temps de se solidifier avant le retour du laser sur la même couche, et pour la plus grossière à la partie qui se serait solidifiée après le second passage du laser et aurait ainsi subi un refroidissement sous gradient thermique plus faible. Comme schématisé sur la Figure 79, ces zones correspondent

approximativement aux zones de chevauchement des bains successifs.

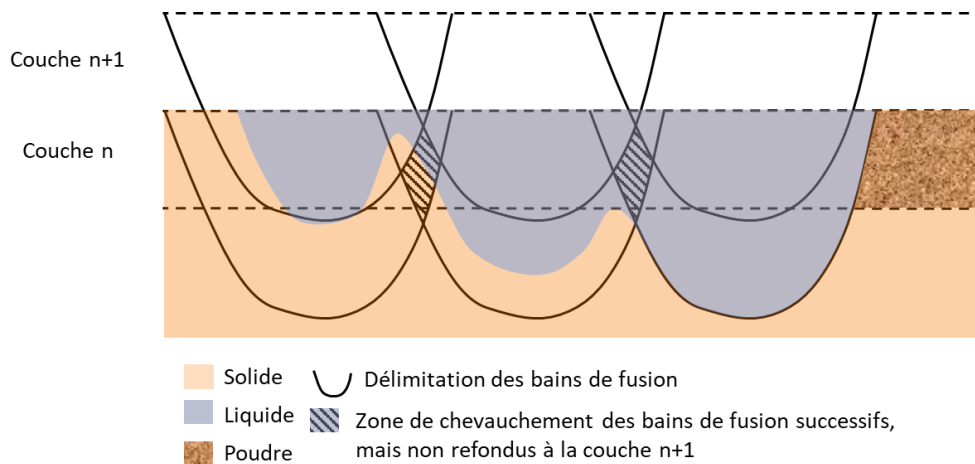


Figure 79 : Schématisation des zones solidifiées avant et après le repassage du laser

III.1.3. Porosités

Le contrôle des porosités est très important en fabrication additive. L'examen des échantillons élaborés dans les conditions standards a montré qu'ils présentent un très faible taux de porosités dans les zones de dépôt stationnaires (cœur des pièces ; Figure 80.a). Il a été estimé égal à 0,2 % par analyse d'images de microscopie optique sur le parallélépipède et à 0,17% sur le cube 2. La distribution de taille des porosités est assez homogène. Leur diamètre moyen -mesuré en surface- est de 8 μm , avec un écart type de 5 μm .

La forme des porosités diffère légèrement entre le parallélépipède et le cube. Au cœur du parallélépipède, les porosités sont principalement localisées aux intersections entre bains de fusion (Figure 68, Figure 80a et repères *a* sur la Figure 80.b) ce qui se traduit par des alignements le long des directions XZ et YZ. La majorité des pores présentent une forme irrégulière illustrée Figure 81.a. Ce positionnement en limite de bain et cette forme irrégulière sont typiques d'un manque de fusion associé à une densité d'énergie localement trop faible [64]. Des chapelets de porosités plus grosses, sphériques et situées plutôt au milieu des bains sont également systématiquement observés en sous-surface (indiqué par les repères *b* dans la Figure 80.b). Cette morphologie est associée soit à la libération par fusion de gaz piégé dans la poudre initiale, soit à un effet Keyhole qui emprisonne le gaz de protection dans le liquide [117] (cf. Chap. I et Chap. IV). On sait d'autre part que la stratégie SLM de construction d'un plan comprend généralement une première passe de traçage des contours de la pièce, suivie par une phase de remplissage de la surface. On observe que les porosités sphériques se trouvent précisément dans le balayage de seconde phase mais au voisinage du contour, comme l'illustre clairement la Figure 80. On peut donc penser que la présence de ces porosités résulte plutôt d'un effet Keyhole associé à une plus grande densité d'énergie accumulée par le laser au moment de son changement de direction au voisinage du contour, comme schématisé Figure 82. L'augmentation de porosités en sous-surface ou lors de changement de direction de lasage est d'ailleurs rapportée dans la littérature [19,118,119]. A ce sujet, Martin et al. ont développé une stratégie de lasage permettant d'éliminer complètement les porosités créés lors des changements de direction du laser en ajustant dynamiquement sa vitesse et sa puissance [72]. A noter que nous avons éliminé ces zones de contour et de sous-surface lors de la mesure du taux de porosité par analyse d'images (voir notamment Chap. IV), dans la mesure où nous étions intéressés par une quantification de ce paramètre en régime stationnaire. Par contre, il est évident que de telles porosités situées sous la surface de la pièce (et donc difficiles à éliminer par polissage électrolytique, sont probablement néfastes au comportement mécanique des pièces, notamment en fatigue.

Dans les cubes 2 et 9, les porosités observées en sous-surface sont moins nombreuses. Par contre on détecte, plus souvent que pour le parallélépipède, des porosités similaires au cœur de la pièce, comme

illustré Figure 81.b. Cette fois, il est difficile de trancher sur une origine due à un piégeage de gaz (les lots de poudre et les équipements utilisé étaient différents pour les deux types de pièces) ou un effet Keyhole. En effet, comme discuté plus haut et schématisé Figure 82, la stratégie de remplissage intègre également des changements de direction à l'intérieur de la pièce).

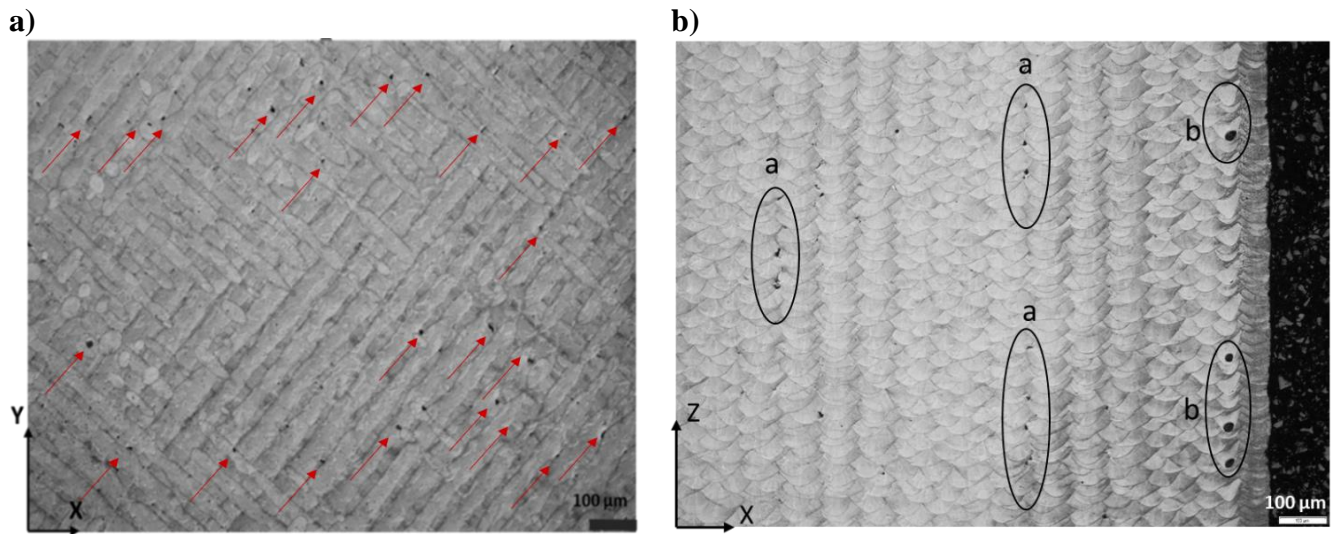


Figure 80: Porosités observées sur des coupes XY (a) et XZ (b) d'un parallélépipède

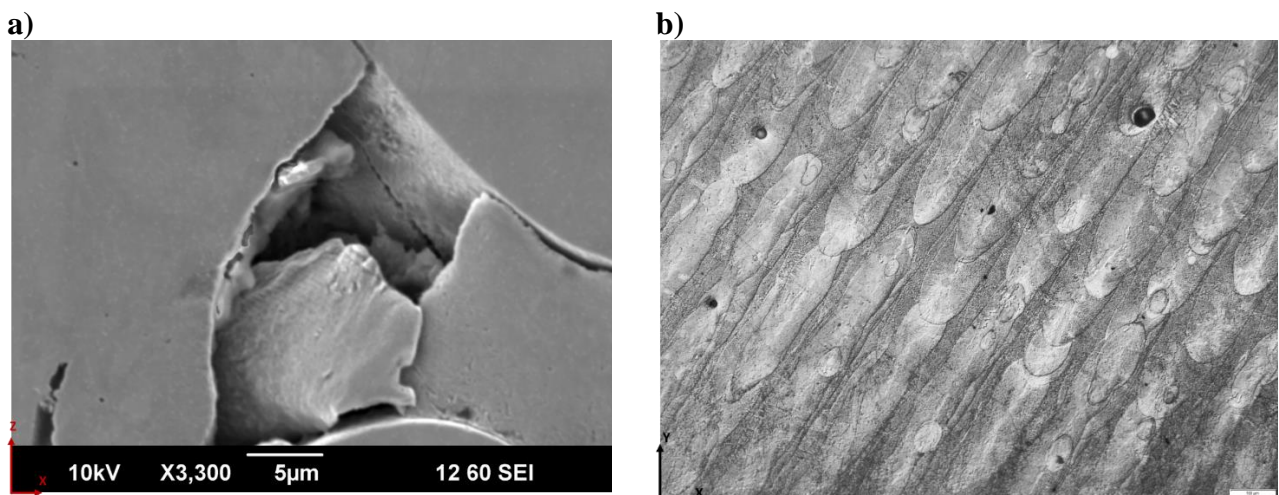


Figure 81 : a) porosité de forme irrégulière entre ex-bains de fusion dans une zone stationnaire du parallélépipède ; b) porosité sphérique dans des ex-bains de fusion du cube n°9

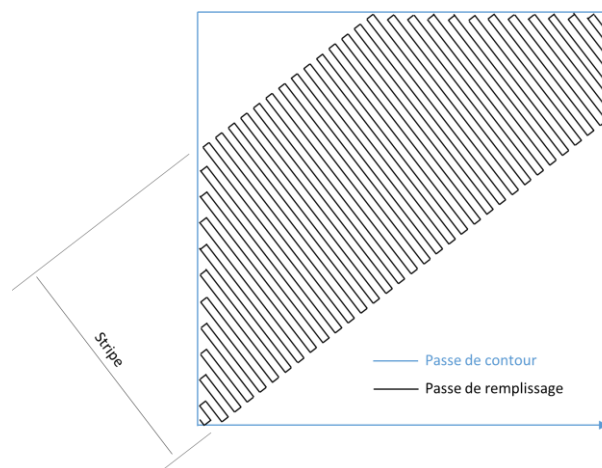


Figure 82 : Schéma d'une partie de la trajectoire laser sur une couche.

Sur la Figure 81a, on peut également observer l'amorce d'une fissure initiée sur une porosité résiduelle de forme irrégulière. Ce type de défaut a été observé en plusieurs occasions entre les bains de fusion, comme l'illustre également la Figure 83 à une plus large échelle. La longueur de ces fissures peut atteindre plusieurs dizaines de microns, ce qui peut être beaucoup plus néfaste pour les propriétés mécaniques de la pièce que la présence de porosités sphériques. On peut penser que ces fissures, qui s'amorcent sur les porosités de forme irrégulière, sont favorisées par la présence de fortes contraintes d'origine thermique, souvent reportées dans la littérature. Les bords de porosité irrégulières constituent alors des zones de concentration de contraintes conduisant à la fissuration.

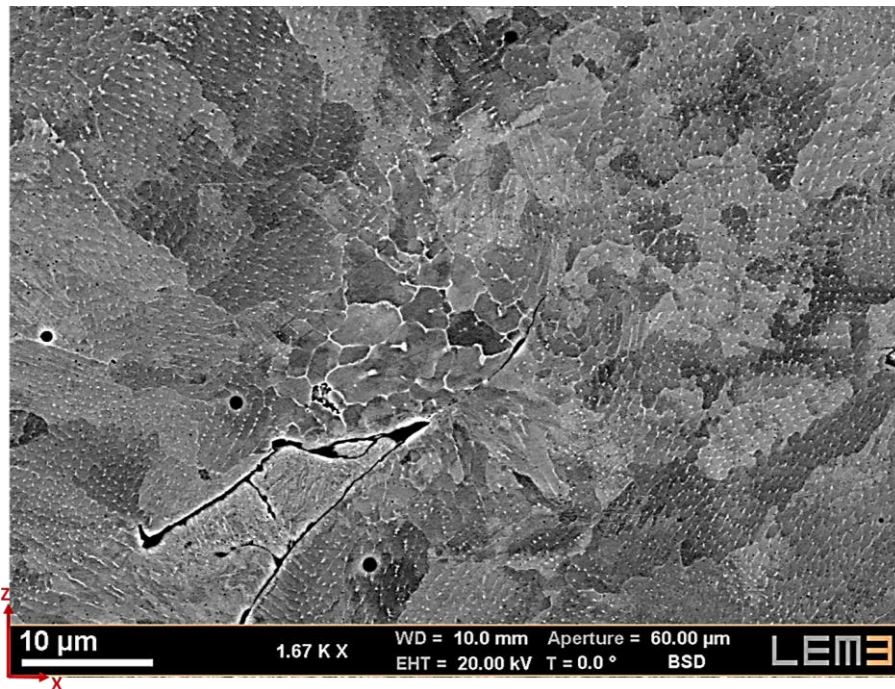


Figure 83: Fissures observées dans une zone entre ex-bains de fusion dans le parallélépipède.

III.1.4. Morphologie et taille des grains

Le contraste cristallographique par électrons rétrodiffusés permet d'imager plus ou moins clairement la structure cristalline (cf. Figure 83 et Figure 84.a), mais la technique EBSD a été privilégiée dans la suite pour la caractérisation plus systématique de la structure granulaire. Les cartes EBSD sont représentées, soit en contraste de bande, soit sous forme de figures de pôle inverse (IPF), en utilisant le code de couleurs (triangle des orientations) reporté sur la Figure 84.b. Dans la suite du mémoire, sauf mention contraire, les orientations ainsi visualisées seront toujours celles parallèles à la direction de construction (représentation en IPF/Z).

Nous ne traitons dans cette partie que de la morphologie des grains. La texture cristalline -dont l'information est également contenue dans les cartographies EBSD- sera détaillée au §.III.2. Compte-tenu des préparations et des conditions d'observation différentes, il n'est pas aisé de faire le lien entre la position des ex-bains de fusion et celle des grains de la microstructure. Nous avons utilisé deux méthodes pour cela : a) nous avons préalablement repéré par des empreintes de micro-indentation des zones observées par microscopie optique puis par EBSD ; b) nous avons utilisé une attaque à l'eau régale qui, sans nous permettre de distinguer très précisément la structure polycristalline en microscopie optique, nous a tout de même permis de confirmer la position par rapport à la structure de lasage des grains allongés dont nous parlons ci-dessous.

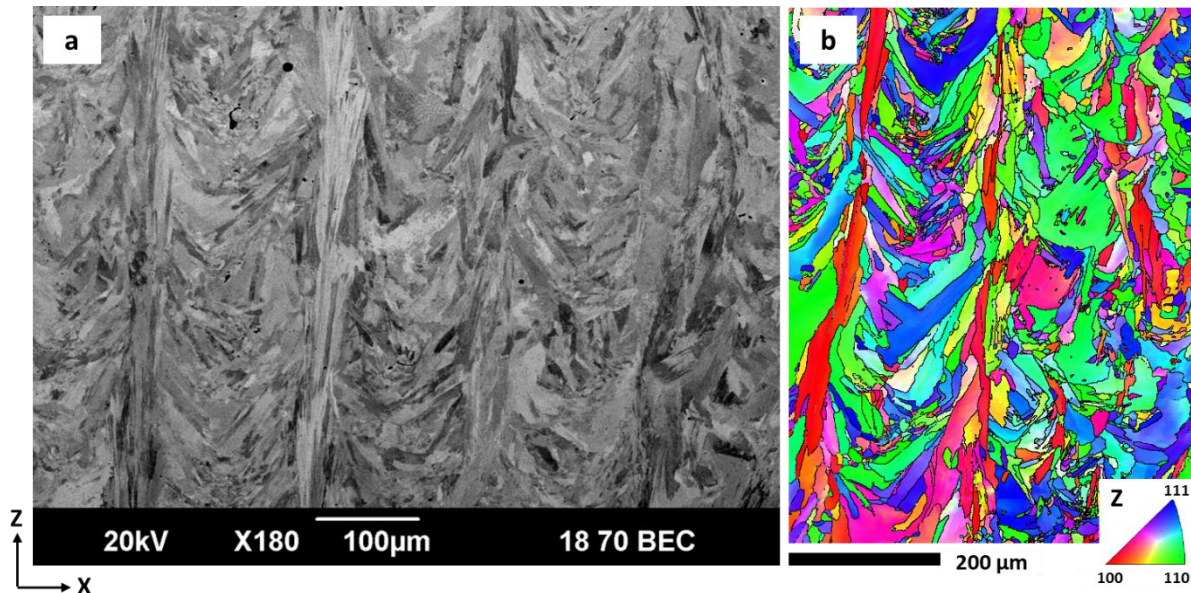


Figure 84 : Structure granulaire de l'échantillon parallélépipédique, observée selon un plan ZX en imagerie d'électrons rétrodiffusés (a) et sur une cartographie EBSD (b ; couleurs en figure de pôle inverse selon la direction de dépôt)

La microstructure observée Figure 84 présente deux types de grains, dont on verra plus loin qu'ils sont également associés à deux composantes de textures cristallines : a) des grains colonnaires très élancés, dont la longueur dépasse la profondeur des bains de fusion et qui sont alignés dans la direction de fabrication (Z) ; b) des grains moins allongés, voire équiaxes, souvent inclinés à 30-60° par rapport à la direction de fabrication. L'alternance entre ces deux types de grains conduit à une microstructure particulière parfois nommée « en chevrons » ou en « arêtes de poisson » (fish-bones) dans la littérature. En comparant EBSD et micrographie optique sur une même zone, nous avons pu déterminer que les grains colonnaires allongés passent préférentiellement par les centres des ex-bains de fusion successifs, les grains inclinés se situant donc plutôt dans les espaces entre bains. Sur la Figure 85, les plus longues suites de grains colonnaires sont repérées par une ligne blanche. Des changements de direction de croissance de ces gains ont parfois lieu lors du passage d'un bain au suivant. Le plus souvent cela est dû à la présence d'un nouveau grain colonnaire d'orientation différente mais aussi coloré en rouge (Avec le jeu de couleur choisi IPF/Z, tous les grains ayant une direction $\langle 100 \rangle$ à moins de 20° de Z sont rouges).

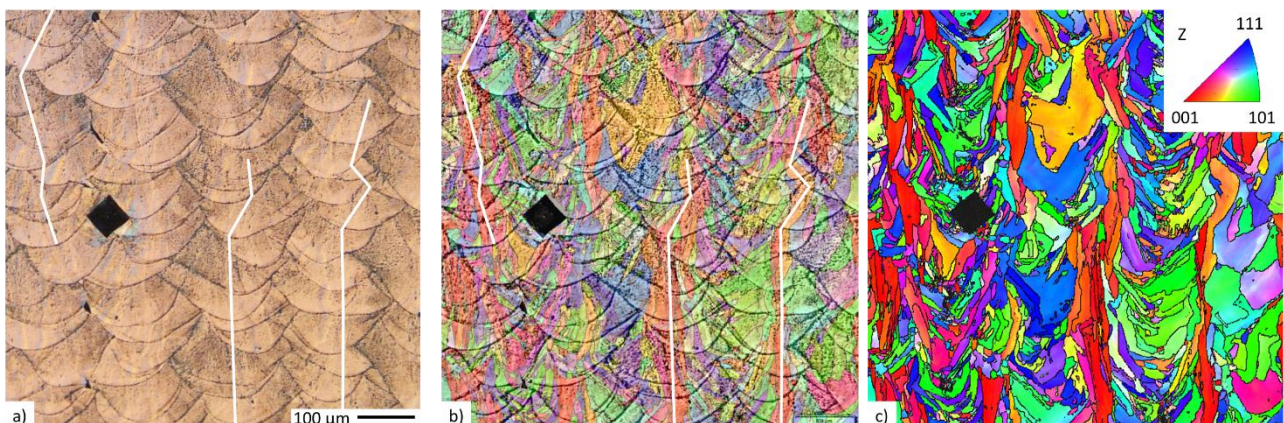


Figure 85 : a) Empreinte de dureté sur une micrographie optique révélant la position des bains de fusion. ; c) carte EBSD de la même zone. b) superposition de la figure a) où le contraste a été rehaussé et un filtre passe bas a été appliqué avec la carte EBSD ; les lignes blanches repèrent des grains colonnaires identifiés sur la carte EBSD

Des cartographies réalisées sur des surfaces plus importantes (Figure 86) mettent en évidence que

l'alternance en chevrons est plus ou moins marquée selon les zones d'observation. Ceci est probablement dû au léger décalage entre plan ZX et plan d'observation qui a été discuté en début de chapitre (Figure 70). En effet, des cartographies réalisées dans des plans XY montrent une bonne régularité des microstructures (Figure 87). On y observe également que les grains colonnaires allongés dans la direction Z le sont également dans les directions de lasage, c'est-à-dire à environ 45° et 135° des faces XZ et YZ du parallélépipède.

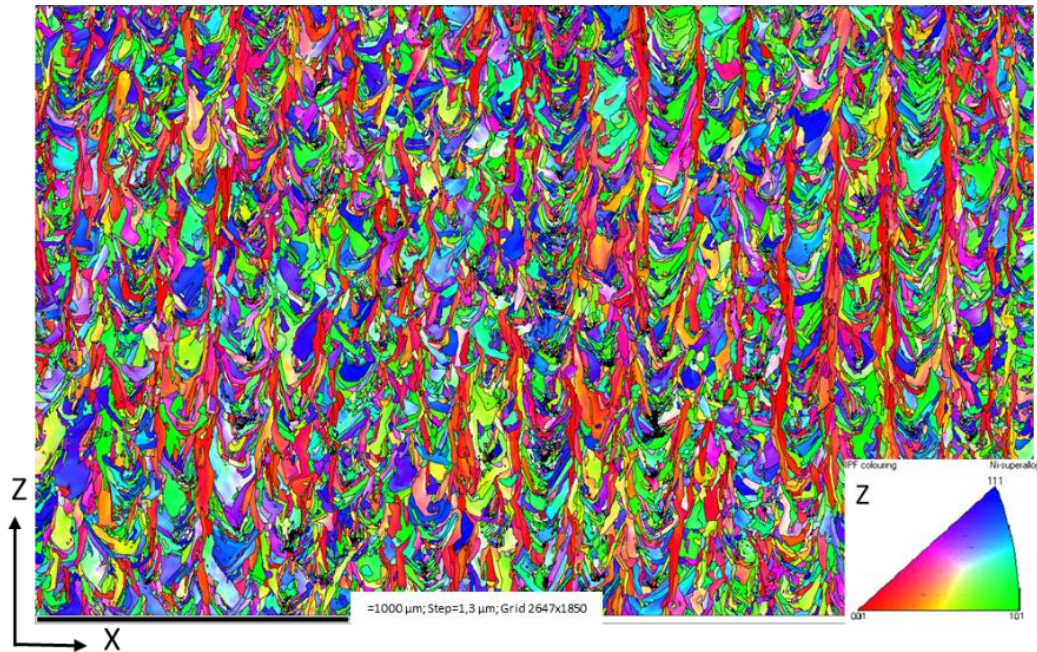


Figure 86 : Cartographie EBSD selon un large plan ZX de l'échantillon parallélépipédique (figure de pôle inverse selon la direction de dépôt)

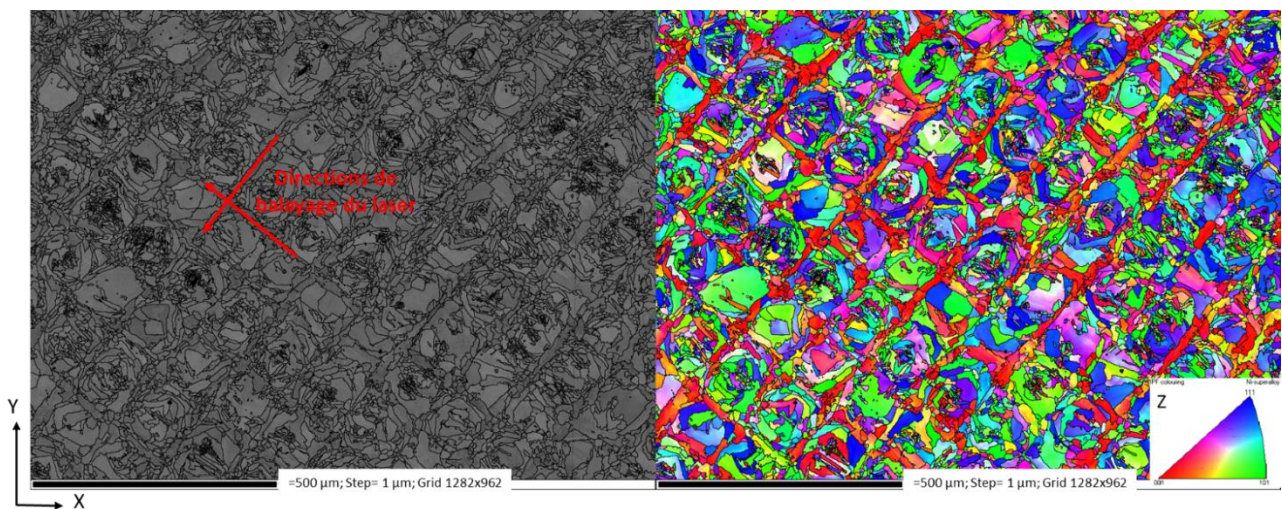


Figure 87: Cartographies EBSD en contraste de bande et en figure de pôle inverse observées dans un plan XY du parallélépipède élaboré en conditions standard.

Le diamètre équivalent moyen des grains a été mesuré au centre du parallélépipède sur plusieurs cartographies EBSD en considérant une désorientation supérieure à 10° pour définir un joint de grain. La taille moyenne est de l'ordre de 14 µm. L'anisotropie des grains selon la coupe XZ a été évaluée de deux manières : 1) par intercepts 2) par le rapport d'aspect de l'ellipse aux moindres carrés.

Les longueurs moyennes d'intercepts parallèlement et perpendiculairement à la direction de fabrication ont été mesurées, sans différencier les deux populations de grains. La distance entre deux lignes d'intercepts a été fixée à 30 µm et les grains de surface inférieure à 6 pixels ont été exclus de

l'analyse pour limiter le bruit dû aux erreurs d'indexation. Les valeurs moyennes obtenues sont respectivement de $\lambda_x=10.1 \mu\text{m}$ et $\lambda_z=12.7 \mu\text{m}$. L'ellipse aux moindres carrés a été ajustée sur les grains après une détection à 10° et en ignorant également les grains de moins de 6 pixels. Le rapport moyen entre grand et petit axes de l'ellipse est proche de 3. Ces deux résultats peuvent sembler contradictoires mais en fait la méthode des intercepts ne traduit pas l'anisotropie dimensionnelle réelle des grains car des grains inclinés à 45° ont les mêmes intercepts selon X et Z et la fraction des grains allongés selon Z est faible.

Dans le petit cube n°2, la présence de grains colonnaires est plus difficile à mettre en évidence. La microstructure la plus couramment observée est représentée sur la Figure 88. La morphologie des grains est moins régulière que celle du parallélépipède dans les plans XZ et YZ d'observation. Cela est probablement dû au lasage croisé à 56° et 146° qui ne permet pas d'observer une régularité sur des coupes à 0° et 90° .

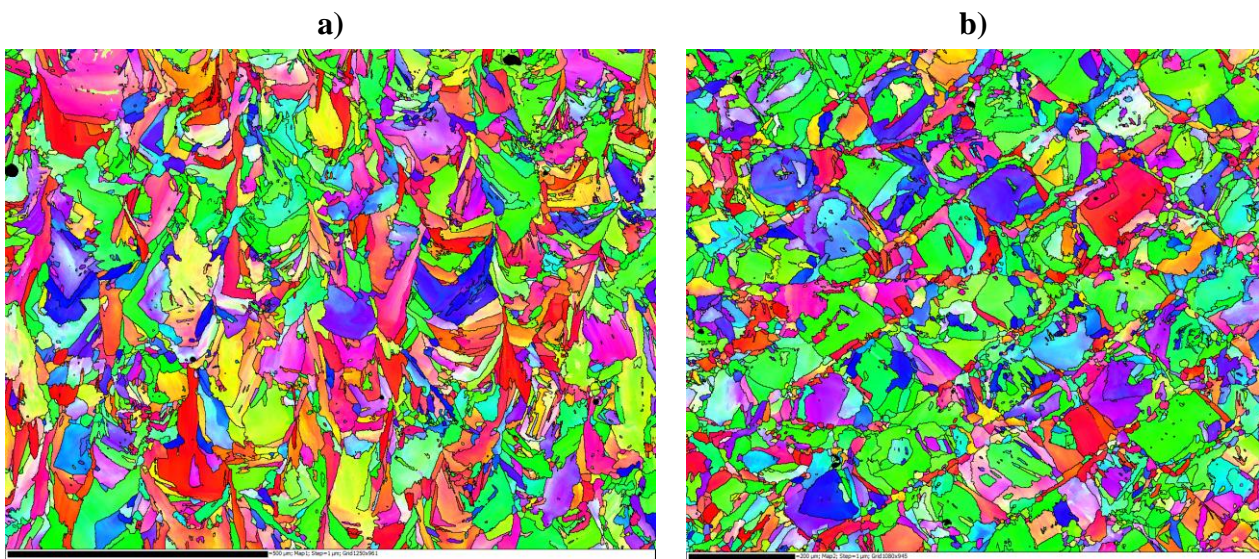


Figure 88: Cartographies EBSD en figure de pôle inverse observées dans des plans XZ (a) et XY (b) du cube n°2 élaboré en conditions standard.

La microstructure dans les cubes est toutefois reliée aux bains de fusion de la même manière que dans le parallélépipède. En effet, les grains colonnaires verticaux (repère A- Figure 89) se forment plutôt au centre des bains alors qu'entre les bains ils sont inclinés, voire perpendiculaires par rapport à Z (repère B - Figure 89).

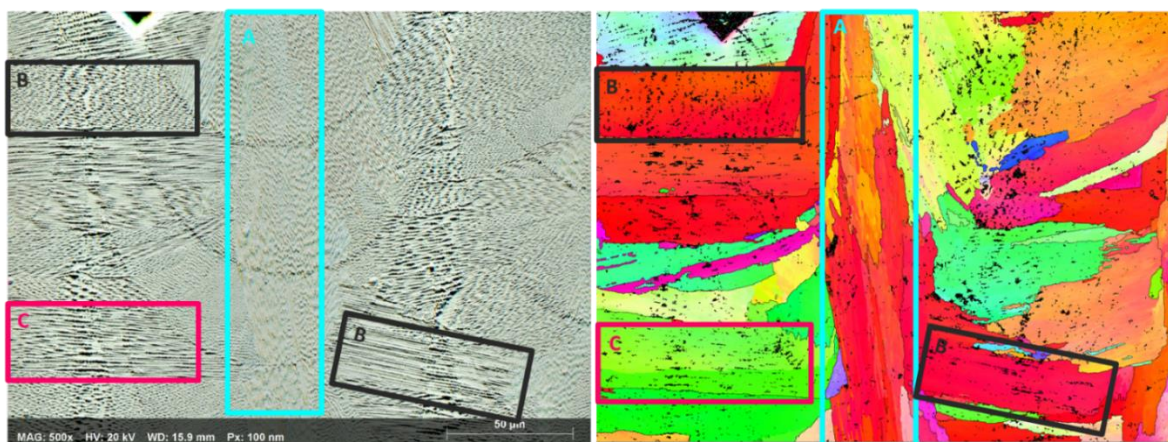


Figure 89 : Relation entre structures de solidification et orientations des grains dans un plan XZ du cube 9.

La comparaison des distributions de tailles de grains entre cubes et parallélépipède est présentée sur la

Figure 90. La distribution est plus large et la taille moyenne de grains légèrement plus importante dans le cube 2 que dans le parallélépipède, avec des valeurs moyennes respectives de 41 et 52 μm . Comme pour la taille des bains de fusion, cela est probablement lié à la densité d'énergie plus importante délivrée par la SLM500 par rapport à la EOS 270. En plus, la géométrie différente des deux échantillons se traduit sans doute par des temps entre passage et repassage du laser différents, et donc des conditions de refroidissement et de solidification différentes.

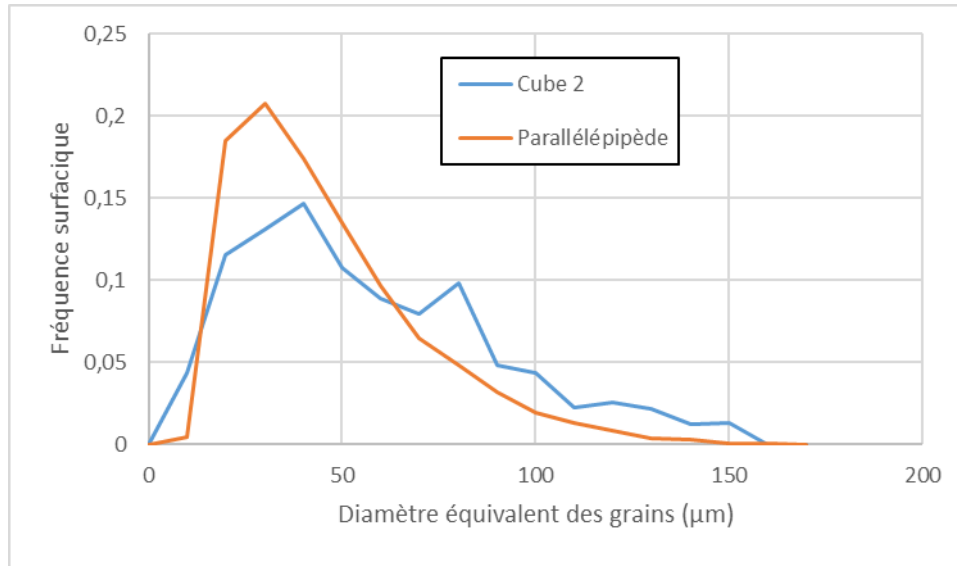


Figure 90 : Distribution des diamètres équivalents des grains dans le parallélépipède et dans le cube 2 en fraction surfacique.

III.2. Texture cristalline

Dans la mesure où nous sommes intéressés par les anisotropies élastiques qui résultent du procédé de fabrication, nous avons cherché à caractériser du mieux possible les textures cristallines de nos échantillons, par Diffraction des Rayons X mais surtout par analyse MEB/EBSD. Ces dernières ont été réalisées sur de larges surfaces, de manière à ce que les textures obtenues soient le plus possible représentatives des échantillons.

Dans ce chapitre, nous présentons et discutons, en détails, les résultats obtenus sur les échantillons réalisés en conditions standards (parallélépipède et cube n°2) et l'échantillon réalisé avec un balayage unidirectionnel (le cube n°9). Les effets des paramètres d'élaboration sur l'anisotropie cristalline sont traités dans le chapitre suivant.

III.2.1. Texture cristalline en conditions standards

La Figure 91 présente les distributions d'orientation des trois principales normales aux plans cristallins $\{100\}$, $\{110\}$ et $\{111\}$ (figures de pôle) pour le parallélépipède. On y voit que la texture n'est pas très marquée, avec des densités de pôles maximales avoisinant 3 (isotropie parfaite = 1) et un indice de texture de 1,24. La composante de texture principale comprend des pôles $\{100\}$ alignés à 45° dans le plan XY (i.e. selon des deux directions de balayage du laser) et un léger pôle $\{100\}$ au centre aligné avec la direction de fabrication. Cette composante est appelée 'composante cube' dans la suite, car elle correspond à une maille cubique dont les arêtes sont alignées avec les directions de fabrication (DL et Z).

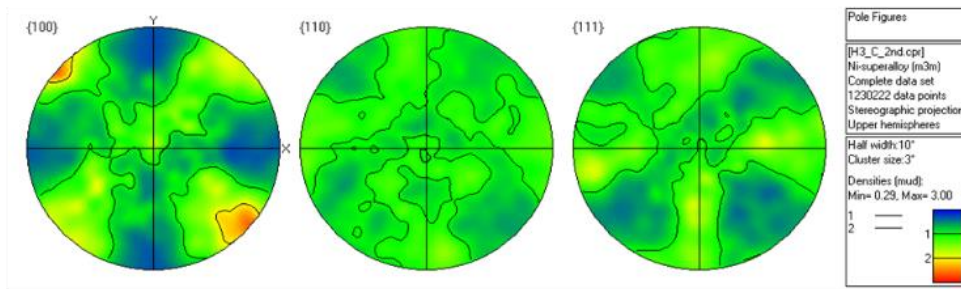


Figure 91: Texture du parallélépipède sous forme de figures de pôles (données EBSD de la Figure 88.b).

Pour identifier les composantes de texture des deux types de grains (colonnaires vs en chevron), une cartographie EBSD couvrant une large surface d'une coupe XZ a été acquise. La Figure 92.a montre cette carte ainsi que la figure de pôle {100} correspondante. Les grains colonnaires ont été identifiés selon un critère de rapport d'aspect (rapport des axes de l'ellipse approximante) supérieur à 4. Les orientations associées aux grains colonnaires et aux autres grains sont données Figure 92.b et c. Les grains colonnaires sont alignés au centre des bains et responsables pour l'essentiel du renforcement de la composante cube. Les grains en chevrons présentent une déplétion de pôles {100} alignés avec Z au profit d'un pôle {110} (non montré mais qui sera rediscuté). Dans le repère du procédé, cela correspond à $\langle 100 \rangle // DL$ et {110} parallèlement à Z. Dans la communauté de la texture, cette composante est appelée 'GOSS' (pour Grain-Oriented Silicon Steel, un acier électrique développé spécifiquement pour contenir majoritairement cette composante de texture).

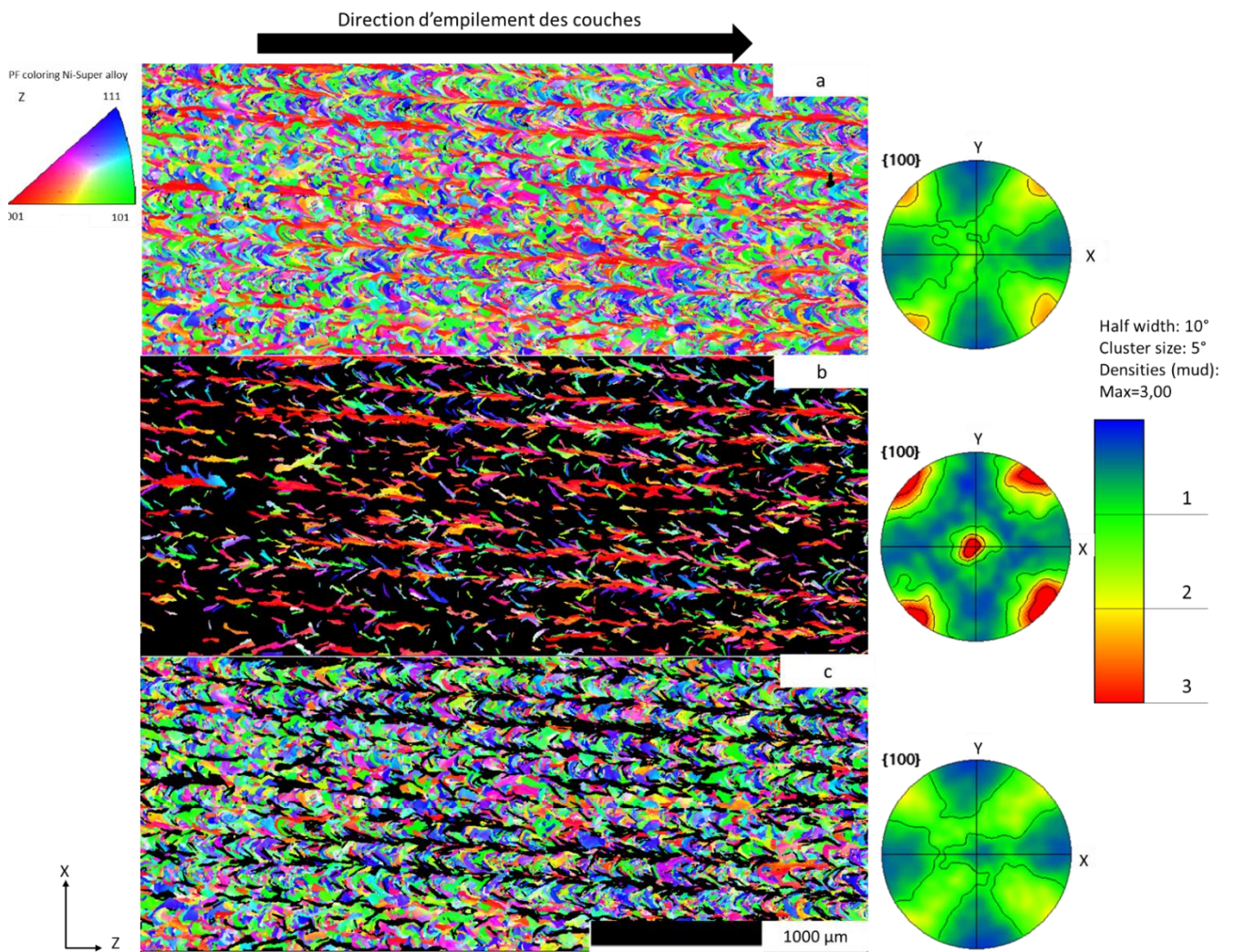


Figure 92: Cartes EBSD en figures de pôle inverse et figures de pôle {100} selon une coupe XZ du parallélépipède : a) tous les grains ; b) grains avec un rapport d'aspect >4 et c) rapport d'aspect ≤ 4.

Les composantes GOSS et cube étant omniprésentes dans nos textures de SLM, il est nécessaire de bien se les représenter pour comprendre les discussions à venir. Une représentation sous forme de figures de pôle dans le repère du procédé DL/DT est donnée sur la Figure 93. Dans le repère procédé, ces composantes s'expriment par les angles d'Euler suivants (convention de Bunge) :

$$\begin{aligned} cube &= (0, 0, 0) \\ GOSS1 &= (0, 45, 0) \\ GOSS2 &= (90, 45, 0) \end{aligned}$$

La composante cube est invariante par rotation de 90° autour de Z, ce qui la rend équivalente du point de vue des directions DL et DT. La composante GOSS ne présente pas cette propriété et la texture des grains en chevron (Figure 92.c) ne peut être représentée que par la somme de deux composantes à 90° l'une de l'autre (appelée GOSS1 & 2). Un mélange des composantes Cube, GOSS 1+2 et d'un fond continu isotrope dans des proportions qui peuvent varier d'un échantillon à l'autre permet de bien décrire les textures observées. On notera enfin que, sur des IPF-Z et avec le code de couleurs utilisé, la composante cube se traduit par une prédominance de pixels rouges (<100>//Z), alors que les composantes GOSS correspondent à des pixels verts (<110>//Z)

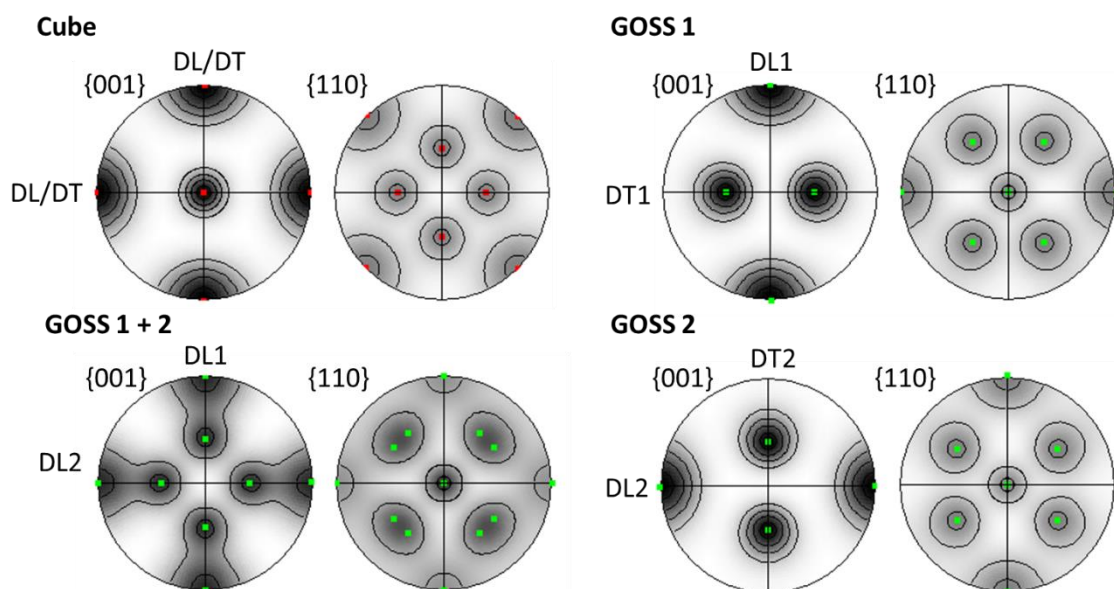


Figure 93 : Composantes idéales « cube » et « GOSS » dans le repère du procédé DL/DT. Rappelons que, pour le parallélépipède, ce repère est tourné de 45° autour de Z.

Les textures mesurées par DRX ou par EBSD des grands et petits cubes fabriqués en conditions standard sont présentées sur la Figure 94 et sont comparées à la texture du parallélépipède.

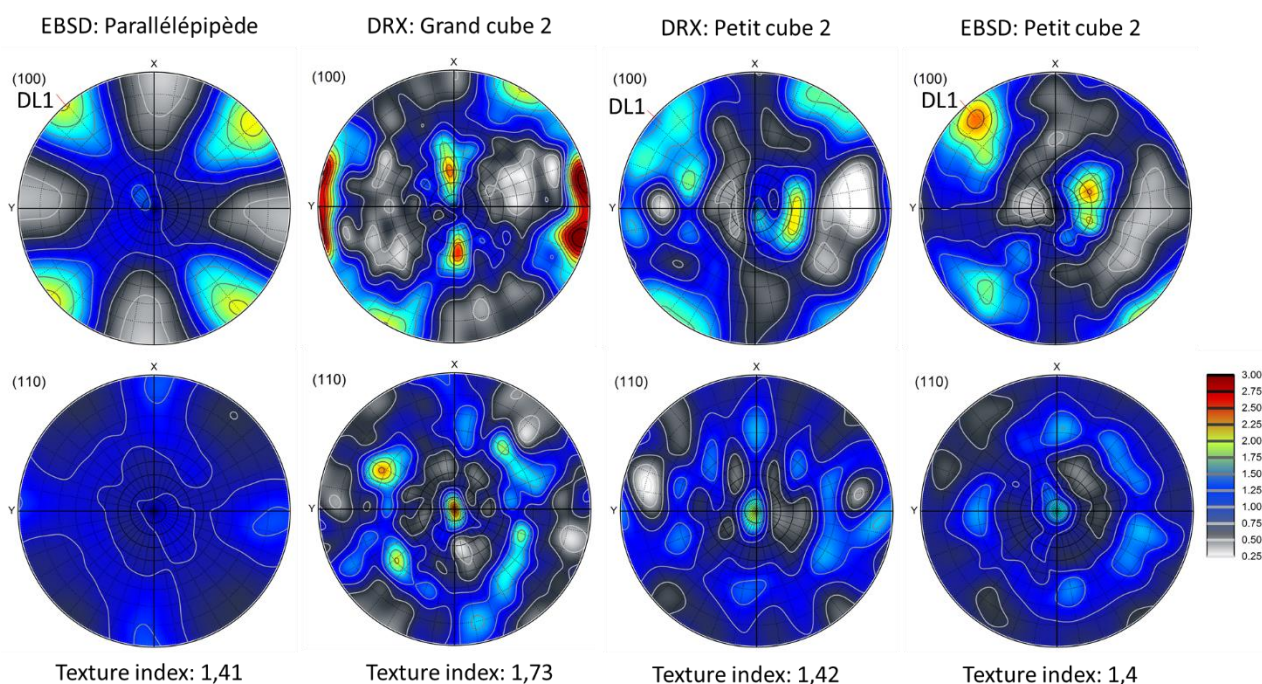


Figure 94 : Figures de pôles du parallélépipède, du grand cube 2 de dimensions 30x30x30 mm et du petit cube 2 de dimensions 10x10x10 mm

Les textures du petit cube2 obtenues par DRX et EBSD sont très proches, validant que les surfaces balayées pendant les acquisitions EBSD sont suffisantes pour être statistiquement représentatives. On peut également remarquer la présence d'un décalage angulaire de quelques degrés, sans doute introduit par la préparation métallographique.

La texture du grand cube 2 est légèrement plus marquée que celle des autres pièces et la position des pôles (100) \perp Z est très différente de petits cubes. Cela peut être dû à une différence de balayage, mais aucune analyse EBSD n'a été faite pour le confirmer.

Pour s'affranchir des variations de direction de balayage entre échantillons, la comparaison quantitative des textures a été effectuée en replaçant les textures dans le repère procédé DL1-DL2-Z. Pour cela, l'outil « comparaison de texture » de ATEX a été utilisé. Cet outil s'appuie sur un indice de corrélation qui se calcule presque comme l'indice de texture :

$$J_c = \int f(g).h(g).dg$$

Où $f(g)$ et $h(g)$ sont les deux fonctions de texture dont on cherche l'indice de corrélation J_c . Cet indice est maximal et égal à l'indice de texture lorsque les deux textures sont identiques. ATEX balaye alors l'espace d'Euler et retourne la rotation, g_{ref} , pour laquelle l'indice de corrélation est maximal :

$$J_c(g_{ref}) = \int f(g).h(g_{ref}^{-1}.g).dg$$

Dans notre cas, $f(g)$ est la texture avec les composantes idéales de la Figure 93 et $h(g)$ est une texture dont on veut corriger l'alignement (une de la Figure 94 par exemple). A l'aide de la rotation g_{ref} , on peut replacer la texture dans le repère de lasage et quantifier les fractions volumiques des trois composantes en se laissant une tolérance de 20° autour de leur position idéale. Ces fractions volumiques sont reportées sur la Figure 95.

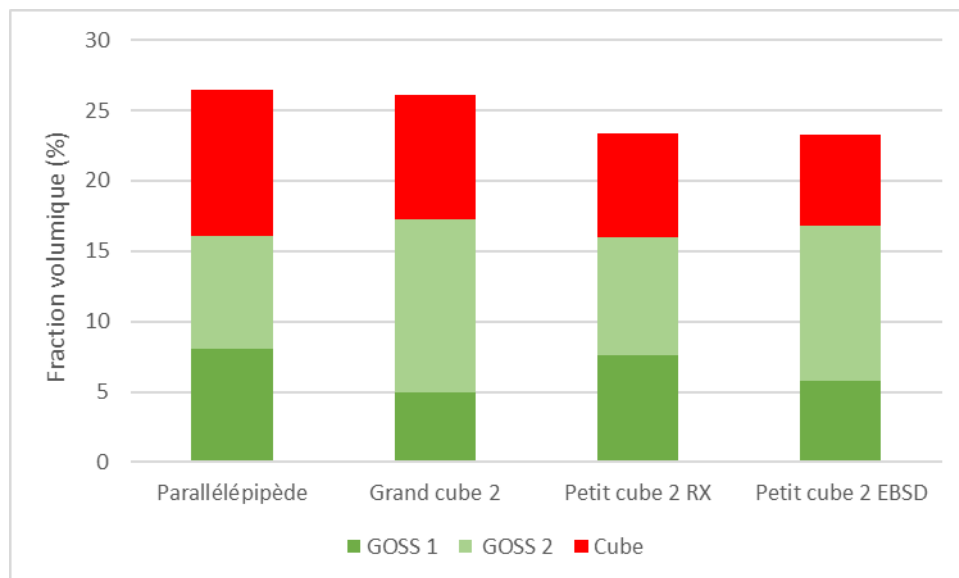


Figure 95 : Fraction volumique des composantes de texture typiques de SLM dans les pièces obtenues dans des conditions standards

Quelle que soit la pièce, la composante GOSS1+2 domine la texture. On confirme ici que le grand cube a la texture la plus marquée. Le rapport entre les composantes cube et GOSS est similaire dans les cubes mais est légèrement plus élevé dans le parallélépipède. Retenons que les textures en balayage croisé sont globalement faibles et que les principales différences observées sont liées aux axes de balayage (à 45°, présumé à 0° et à 56°) et au rapport entre les composantes cube et GOSS.

Il en est tout autre en balayage unidirectionnel. Les figures de pôles des grand et petit cubeS 9 sont présentées dans la Figure 96, avec les indices de textures correspondants.

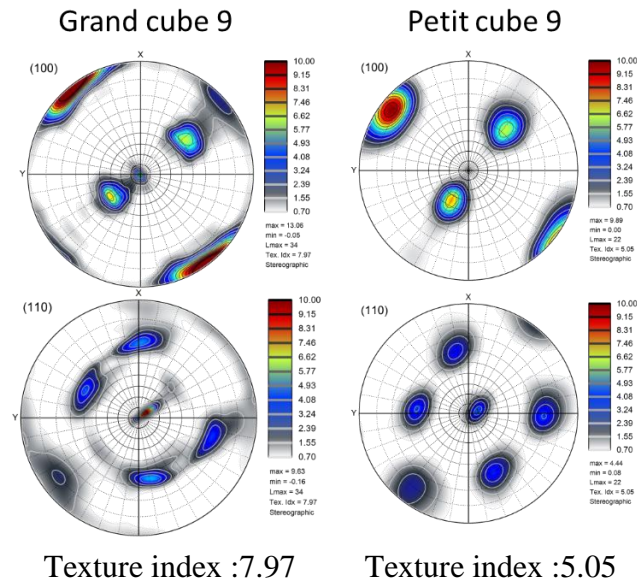


Figure 96 : Figures de pôles du grand cube 9 de dimensions 30x30x30 mm et du petit cube 9 de dimensions 10x10x10 mm

Les textures des grands et petits cubes sont identiques au décalage angulaire prêt. On peut en déduire que, à stratégie de lasage constante, la texture est peu influencée par la géométrie des pièces. Par contre, cela n'est vrai que lorsque l'épaisseur des pièces est largement plus grande que celle des bains de fusion. En effet, plusieurs études rapportent des différences marquées entre des « murs fins » et des pièces massives élaborées dans les mêmes conditions [120,121].

La texture est beaucoup plus marquée en balayage unidirectionnel qu'en balayage croisé. La composante GOSS1 domine largement. Elle représente 32% des orientations contre 10% pour la composante cube et à peine 6% pour la composante GOSS2. La microtexture correspondante est présentée sur la Figure 97 dans les trois plans du repère échantillon. On y retrouve certaines caractéristiques de nos microstructures. La présence de grains colonnaires sur les deux cartes contenant la direction Z et aussi de grains en chevrons sur la carte dans le plan XZ. La carte acquise dans le plan de lasage permet clairement d'identifier la direction de lasage et contient aussi les grains colonnaires rouge du centre des bains (mais plus discontinus que dans le cube 2 ou le parallépipède).

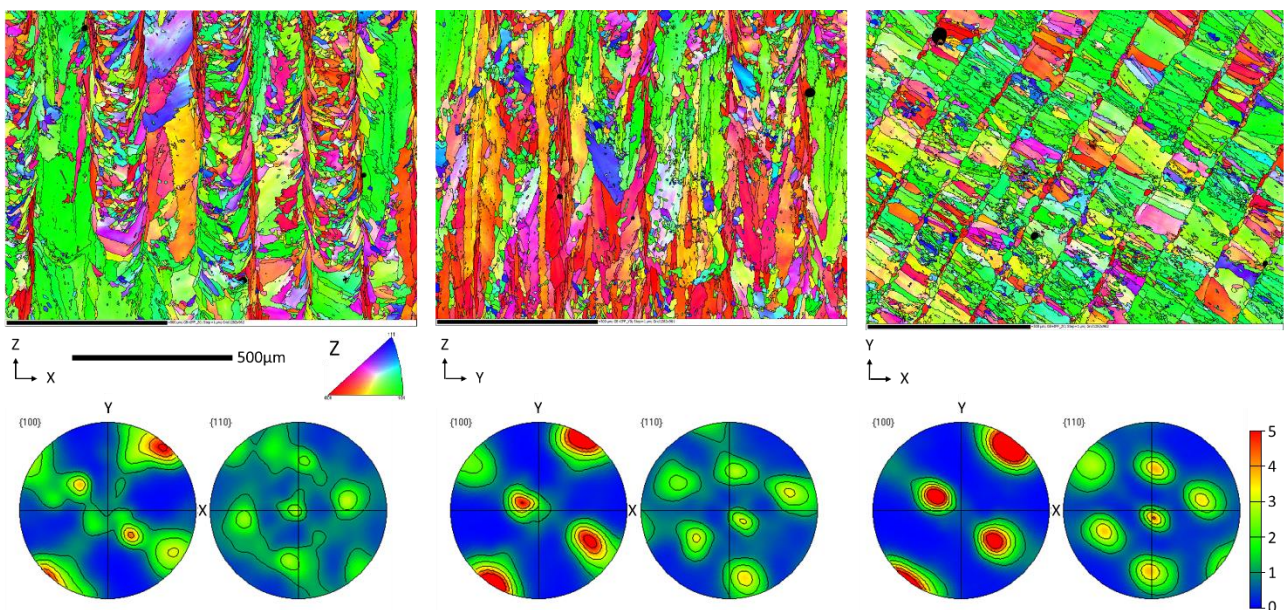


Figure 97: Cartes EBSD dans les différents plans XZ, YZ et XY du cube 9 (conditions standards et balayage unidirectionnel) avec les figures de pôles correspondantes.

Toutes les textures présentent les deux composantes Cube et GOSS1 en des fractions qui varient légèrement selon le plan de coupe. La superposition de ces deux composantes résulte en un pôle $\langle 100 \rangle$ marqué dans la direction de lasage. Même si la différence de microstructure est notable entre les coupes XZ et YZ, celle-ci est difficile à interpréter. Pour cela une analyse a aussi été réalisée dans le plan DL – Z. La carte EBSD et la texture sont présentées sur la Figure 98.

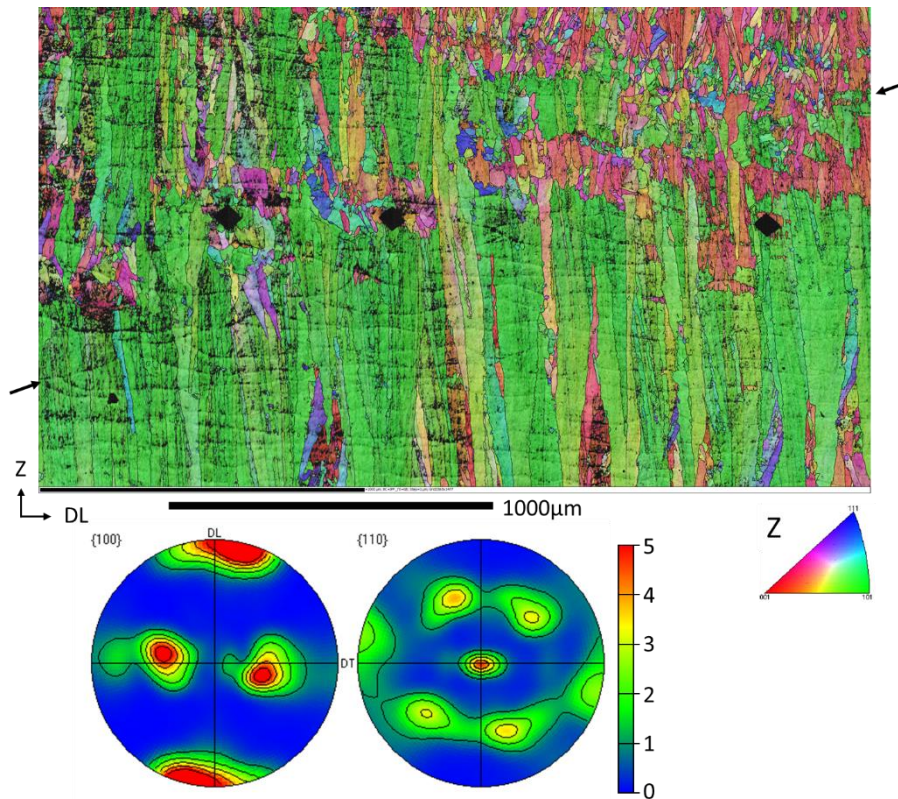


Figure 98 : Cartes EBSD dans le plan DL – Z du cube 9. La mesure a été faite pour mettre en évidence la ligne de « stripping » indiquée par des flèches.

On y voit une claire dominance de la composante GOSS et la croissance continue des grains colonnaires à travers les couches quasiment parallèles à la direction Z. Cela montre encore une fois l'hétérogénéité de la microstructure. La composante GOSS étant présente entre les lasages, la coupe a probablement été faite dans cette zone. L'inclinaison des grains colonnaires observée sur la Figure 73 est probablement le résultat d'une coupe passant plutôt par le centre des grains. De même, les zones rouges correspondant à la composante cube qui émergent par endroit sont probablement le résultat d'un léger décalage angulaire. L'autre spécificité de cette carte est la présence d'une ligne de « stripping » indiquée par des flèches, mais cette discontinuité du process ne semble pas avoir d'influence sur la texture cristallographique (les bains sont continus malgré la ligne).

III.2.2. Origines de la texture

Les microstructures et les textures sont très sensibles aux flux thermiques mis en jeu durant la fusion, refusion et solidification de la poudre. La comparaison entre EBSD et structures de solidification (Figure 89) a mis en évidence que les domaines cristallins (grains) sont le résultat d'une concaténation de nombreuses cellules ayant la même direction de croissance (cellules fines vers le centre du bain de fusion ou plus grossières entre les bains de fusion).

Dans un matériau à symétrie cubique, la solidification se fait par la croissance de cellules/dendrites dont les bras primaires, secondaires, voire tertiaires 'poussent' dans une direction $\langle 100 \rangle$ (Figure 99).

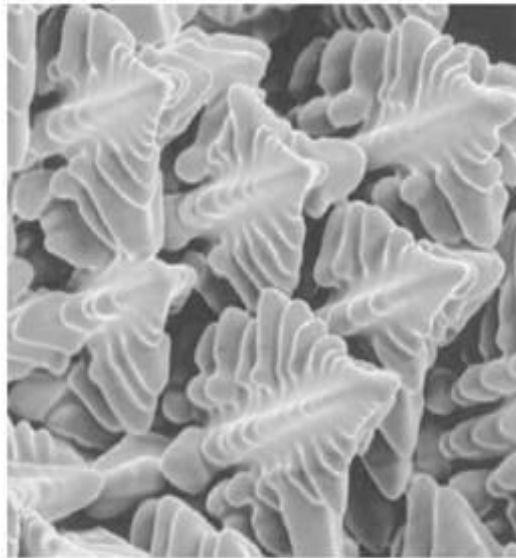


Figure 99 : Bras primaires et secondaires de dendrites en cours de croissance dans un alliage de nickel [76]

➤ Formation de la texture d'un cordon seul

Si la direction du front de solidification est parallèle à celle du gradient thermique local G (ex. solidification dirigée) une dendrite dont une direction $\langle 100 \rangle$ fait un angle ϕ avec la direction du gradient thermique doit avancer à une vitesse effective $v^* = v_T / \cos(\phi)$ pour suivre le front de solidification (v_T est la vitesse du front de solidification) (Figure 100.a). Les dendrites dont ϕ est élevé prennent du retard sur celles qui ont une direction proche du gradient. Cela se traduit par une sélection progressive des secondes pendant la solidification (Figure 100.b). C'est cette sélection qui conduit au développement d'une texture cristallographique.

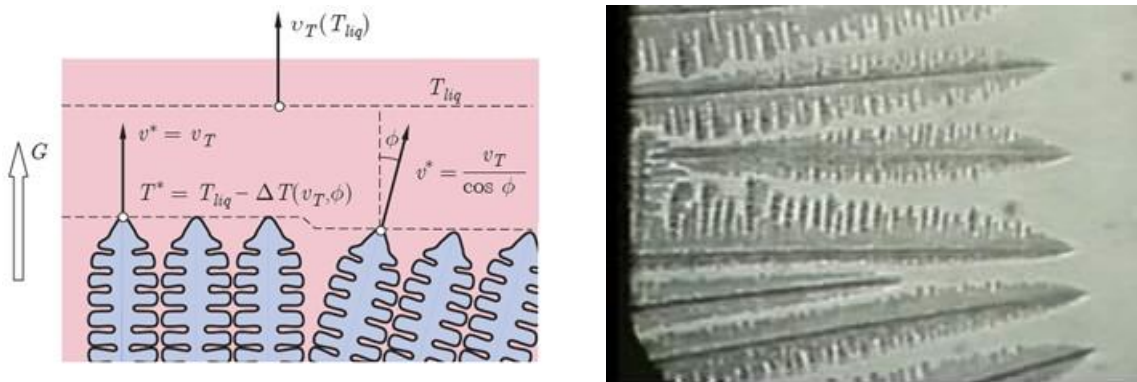


Figure 100: Illustration des vitesses de croissance différentes des dendrites en solidification dirigée et du mécanisme de sélection des orientations avec ϕ proche de 0 [76]

Malheureusement, ce principe n'est pas directement applicable à ce qui se passe à la resolidification d'un cordon de lasage. Celle-ci s'apparente plutôt au phénomène de solidification qui est observé - et qui a été plus étudié- dans le cas du soudage. En effet, le liquidus étant une isotherme en première approximation, le gradient lui est donc perpendiculaire. Or selon ce que nous venons de voir, les dendrites devraient croître selon le schéma de la Figure 101.

Dans le cas du soudage, la normale au liquidus (et sa vitesse) est différente de la direction de solidification (et de sa vitesse), imposée par le déplacement de la source d'énergie (Figure 101). Dans ce cas, la vitesse effective de déplacement de la pointe des dendrites doit être $v^* = v_c \cdot \cos(\theta) / \cos(\phi)$ et les directions qui 'gagnent' sont celles pour lesquelles cette vitesse est la plus faible. A noter qu'au point triple T de la Figure 101, les dendrites ne peuvent croître que

parallèlement à la surface, soit -au centre du bain- dans la direction de lasage, et que leur vitesse de croissance ne peut être qu'égal à V_c . On s'attend donc bien à sélectionner une direction $\langle 100 \rangle / DL$ au centre et en surface du bain de fusion/resolidification.

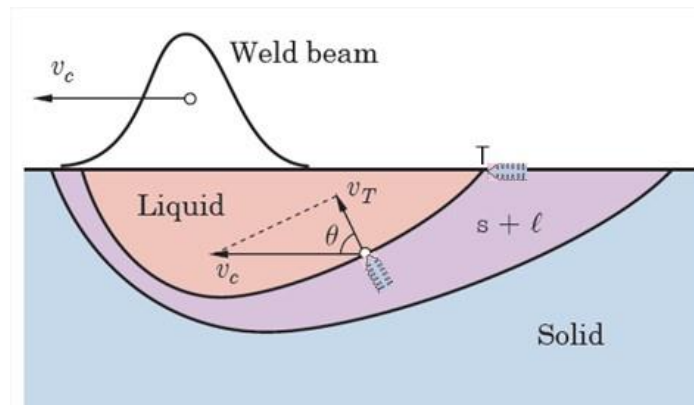


Figure 101: Coupe longitudinale au centre d'un cordon de fusion/solidification, illustrant la différence entre vitesse de déplacement du solidus et vitesse de solidification dans le cas d'un processus de soudage [76]

Rappaz et al (1990) ont proposé un modèle pour calculer la direction privilégiée en tout point de la surface de liquidus dans le cas où le substrat est monocristallin [122]. Ils ont également fait des essais dans le cas du soudage par faisceau d'électrons de deux monocristaux d'orientation cube en acier inoxydable [123], dont des résultats sont illustrés Figure 102. On voit que différentes directions $[100]$, $[010]$ ou $[001]$ sont privilégiées selon la zone du cordon resolidifié. Notamment, la zone notée *a*, au centre et en surface du cordon, est caractérisée par la direction $[100]$ parallèle au balayage du faisceau d'électrons. On ne peut sûrement pas directement transférer ces résultats à la fabrication additive par SLM car :

- La vitesse de balayage de l'article de Rappaz était beaucoup plus faible (3 mm/s)
- La forme du bain est complètement différente (vitesse plus lente, puissance plus élevée et soudage bord-à-bord)
- La germination étant en épitaxie sur le substrat, il est logique de favoriser l'orientation cube.

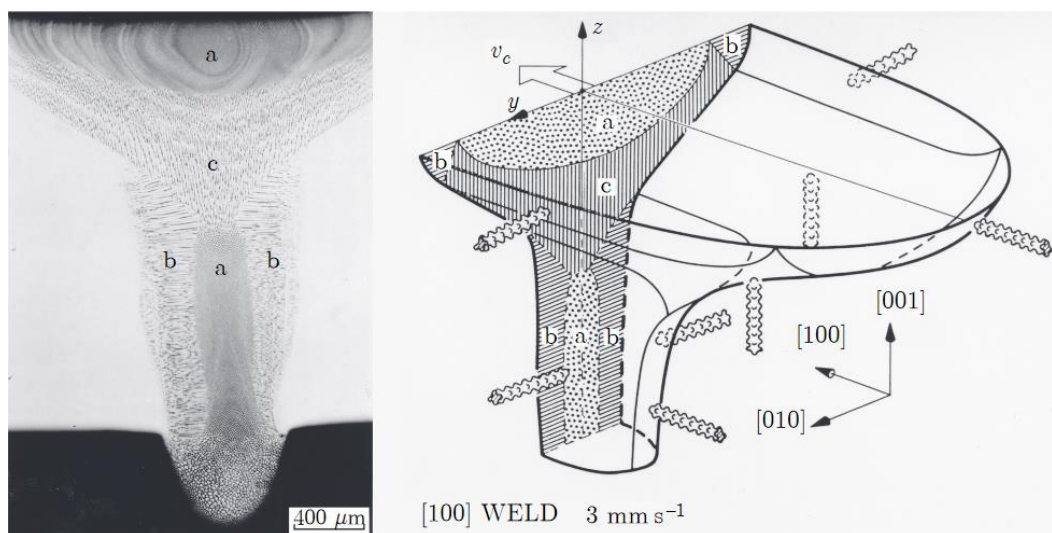


Figure 102: a) Coupe transverse du cordon de soudure entre deux monocristaux réalisés par faisceau d'électrons et montrant les différentes zones de solidification ; b) Schéma d'une portion du cordon avec les différentes orientations $\langle 100 \rangle$ privilégiées selon les zones [123]

Ces travaux illustrent cependant l'importance de la forme du bain sur la texture résultante. Mais pour généraliser les résultats de Rappaz, il faut plutôt raisonner en termes de fibres $\langle 100 \rangle$. Ainsi, les zones *a* et *c* de la partie supérieure du cordon Figure 102 favorisent respectivement l'émergence de fibres

[100] // DL et [100] // Z. La seule composante de texture appartenant à ces deux fibres et la composante cube, ce qui explique sa présence au centre des bains.

Cela n'explique pas l'émergence de cette composante ailleurs dans le bain (rappelons que la composante GOSS a aussi une direction [100] //DL). En effet, rien dans les travaux de Rappaz ne justifie une croissance depuis le bord des bains dans la direction de lasage. Zhou et al. suggèrent que l'effet Marangoni viendrait exacerber cet effet en « remontant » de la matière et en changeant le gradient thermique local (Figure 103) [77]. Cette explication est peu convaincante, l'effet Marangoni influençant seulement l'extrême surface.

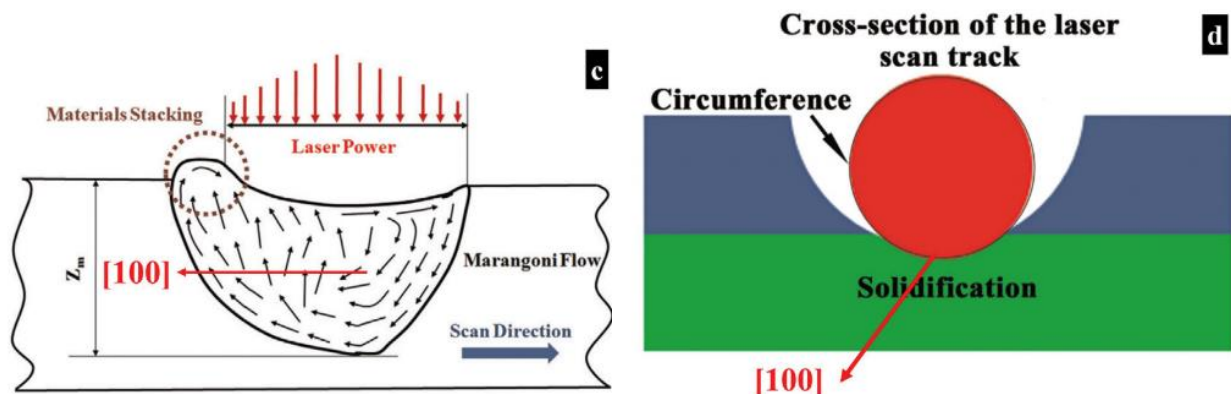


Figure 103 : D'après Zhou et al. c) L'effet Marangoni crée un « bourrelet ». d) La zone de type « a » du cordon de Rappaz occuperait alors la majorité du cordon.

Une autre explication implique la forme de bain qui correspond à un instant t au liquidus et qui peut être assimilé à une isotherme. La forme de bain qui favoriserait la composante [100] // DL devrait avoir une surface maximale où $\theta = 0$ correspondant à un demi cylindre parfait (Figure 104.a). Cette forme de bain « idéal » est bien sûr très éloignée de celle qu'on obtient théoriquement pour les alliages métalliques (Figure 104.a&b). Des calculs théoriques [124] suggèrent cependant que, plus la conductivité thermique et/ou la diffusivité thermique sont faibles, plus le bain est long s'allonge à paramètres de lasage constants. Dans le cas du nickel et de ses alliages, le bain calculé est relativement long. On peut alors assimiler au premier ordre les isothermes à un demi cylindre aligné selon DL, ce qui permet de travailler avec la forme des sections perpendiculaires à DL.

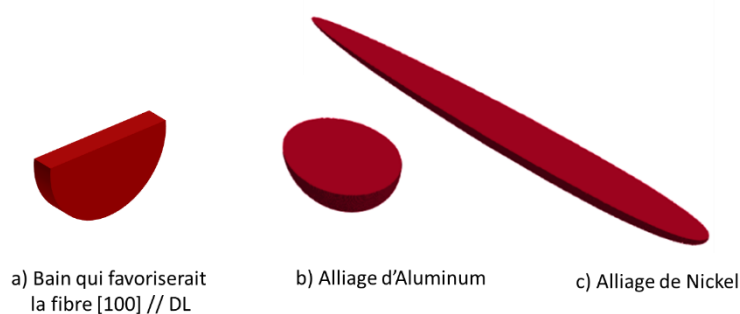


Figure 104 : Différentes formes de bains de fusion : a) Géométrie favorisant l'émergence de la composante [100] // DL. b et c) Bains obtenus à partir de l'équation de Rosenthal en utilisant les propriétés thermiques (conductivité et diffusivité) d'un alliage d'aluminium et de nickel respectivement (tout paramètre égal par ailleurs).

Liu et al. s'appuient sur une hypothèse de ce type dans leur méthode de Monte Carlo [125]. Partant d'un substrat isotrope et d'une section de bain circulaire, ils ont sélectionné les grains ayant une direction [100] la plus proche de la normale au bain au point considéré. En répétant ce processus pour 1000 sections, ils obtiennent en chaque position du bain une fibre [100] \perp bain. La somme de toutes ces fibres présente bien une direction [100] // DL (Figure 105).

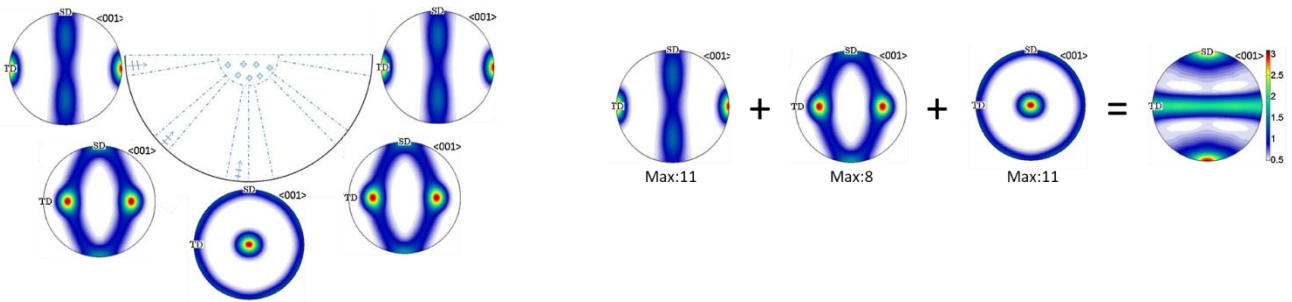


Figure 105: Modélisation de la texture de SLM par méthode de Monte-carlo sélectionnant les grains ayant un pôle $[100]$ perpendiculaire à la section du bain dans le plan $DL-Z$ [125] ($SD = DL$ et $TD = DT$).

Liu et al. n'ont cependant considéré que des bains circulaires générés à partir de l'équation de Rosenthal. Or en pratique les bains sont rarement circulaires. Nous avons donc développé une approche similaire pouvant prendre en entrée n'importe quelle forme de bain. Pour chaque pixel à l'interface du bain, la normale est calculée numériquement en considérant un voisinage 10×10 [126] et 1000 orientations sont générées aléatoirement telles que $[100] \perp$ bain. La Figure 106 montre le résultat obtenu pour un bain circulaire tronqué à différentes hauteurs. Toutes les textures obtenues ont une fibre (parfois partielle) $[100] // DL$. La composante cube est plus marquée pour le demi-cercle que dans les travaux de Liu et al. et la fibre $[100] // Z$ se renforce d'autant plus que le bain est peu profond.

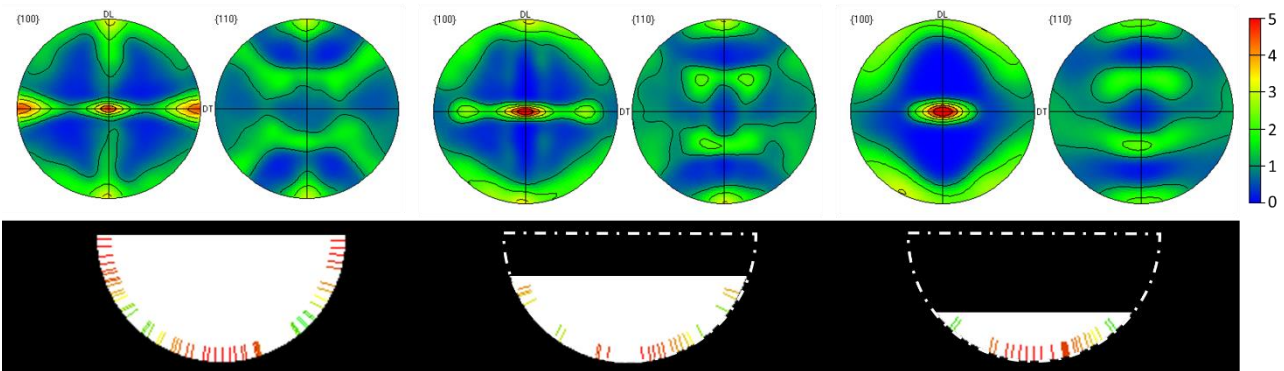


Figure 106 : Texture obtenues en générant une fibre $[100] \perp$ bain en tout point du bain à partir de trois bains circulaires tronqués.

Des bains ellipsoïdaux (qui peuvent d'ailleurs aussi être solution de l'équation de Rosenthal) ont aussi été testés (Figure 107) et la composante $[100]$ émerge toujours de notre modèle. Par contre, aucun bain ellipsoïdal ne fait émerger la composante GOSS.

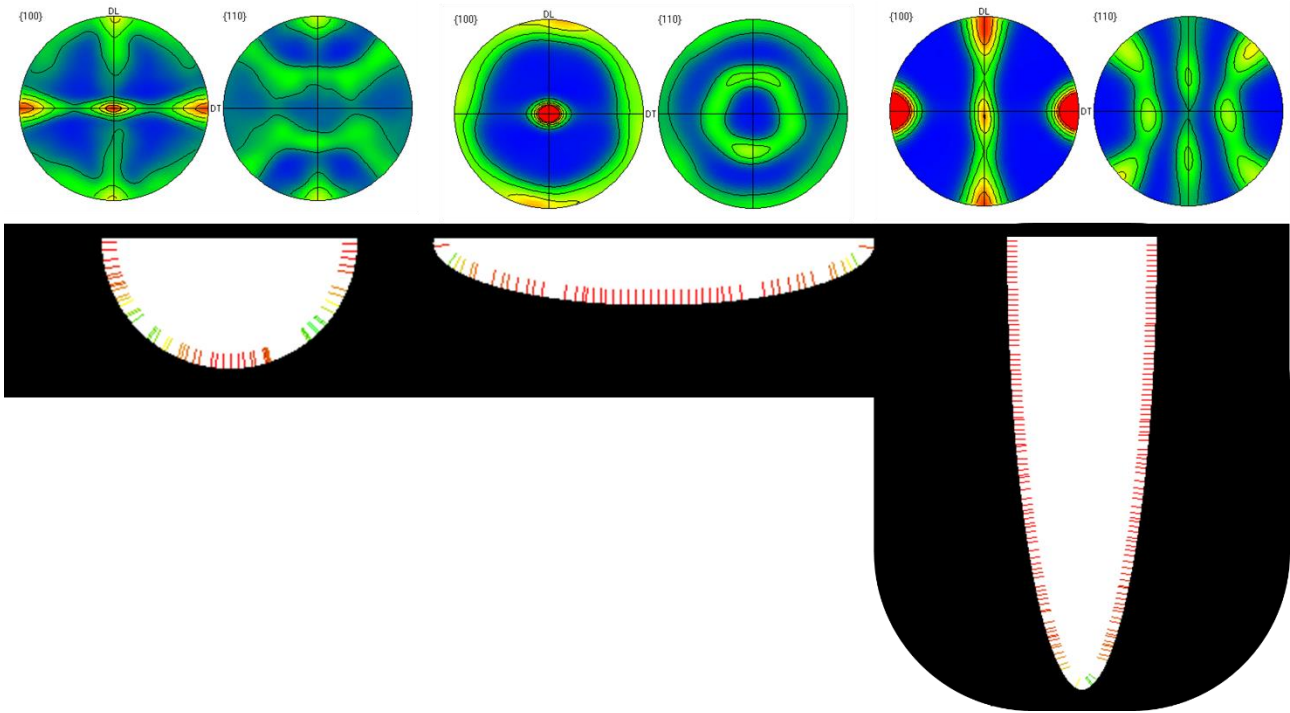


Figure 107: Textures obtenues en générant une fibre $[100] \perp$ bain en tout point du bain à partir de trois bains ellipsoïdaux.

Finalement, nous avons testé des formes de bains issus de la littérature [124] et un bain en forme d’empreinte Vickers (Figure 108). Le bain en forme d’empreinte Vickers ayant toutes ces normales à 45° de Z produit une texture de GOSS très marquée. Par contre, cette composante (bien que présente) est dominée par la composante cube dans les deux formes de bains rencontrées expérimentalement. Le bain du milieu en « key hole » renforce indéniablement la composante cube.

Notre modèle et les travaux de la littérature permettent bien d’expliquer l’émergence de la fibre $[100] //$ DL, mais n’expliquent pas pourquoi la composante GOSS domine nos textures. Pour cela, il faut « empiler » les bains.

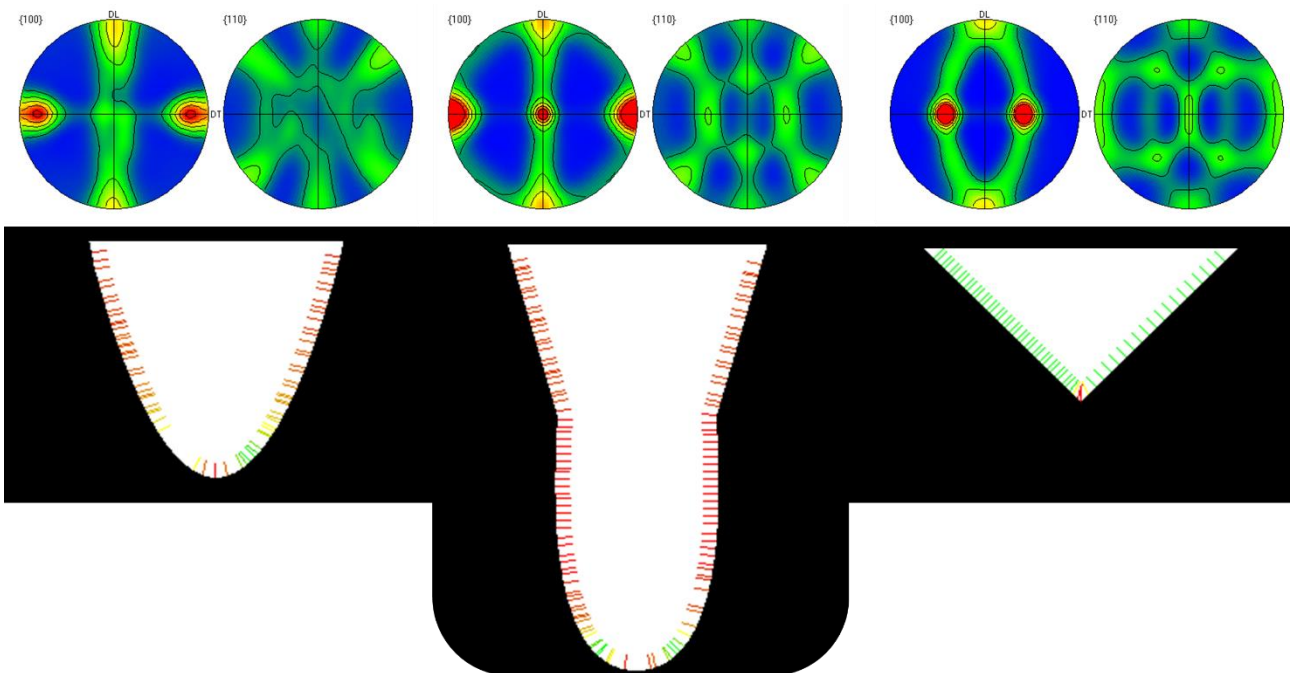


Figure 108: Textures obtenues en générant une fibre $[100] \perp$ bain en tout point du bain.

➤ Formation de la texture d'un cordon seul – Travaux annexes

En début de thèse, nous avons mené un travail préparatoire consistant à analyser la structure cristalline de cordons uniques de fusion/resolidification d'un Inconel 718 fondu à vitesse constante par un faisceau laser de différentes puissances. Le matériau et les conditions de lasage étant assez différents de ceux de notre étude principale, la description de ce travail a été reportée en Annexe B en fin de mémoire. Certaines de ses conclusions méritent cependant d'être rappelées car elles présentent un intérêt au moins qualitatif :

- La taille -surtout la largeur- des cordons de fusion augmente avec la puissance du laser,
- La taille des structures de solidification augmente également avec la puissance,
- Aucun début de sélection d'orientations préférentielles n'a pu être détecté dans la section des cordons, bien que ces cordons étaient plus épais que ceux obtenus par SLM ;
- Il a pu mettre clairement en évidence que les grains resolidifiés germaient pour la plupart en épitaxie avec les grains du substrat non fondu.

Les points a) et b) sont généralement bien admis. Le point c) n'a pas valeur de preuve car le nombre de grains analysés était relativement faible ; il a cependant été renforcé par des simulations faites en parallèle par un partenaire de l'étude. Le point d) est le plus intéressant, car il suggère -ce qui est souvent implicitement admis- que la propagation d'une orientation peut se faire d'une couche à l'autre par germination en épitaxie successives.

➤ Formation de la texture en balayage unidirectionnel

Dans une pièce de SLM, la texture évolue aussi avec les empilements de cordons. Andreau et al. ont pu observer l'émergence de la composante GOSS à partir de la 12^{ème} couche [56] . Liu et al. [125] ont aussi « empilé des bains » avec leur modèle (il suffit de changer la texture du substrat à chaque étape). Ils ont ainsi pu montrer l'émergence de la composante GOSS à partir de la 3^{ème} couche seulement (Figure 109).

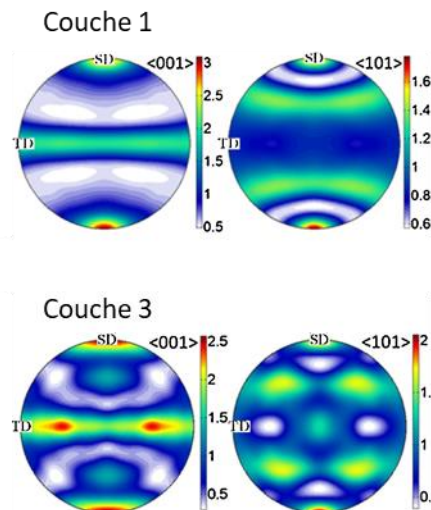


Figure 109 : Le modèle de Liu et al. converge vers une texture GOSS à partir de la troisième couche [125].

Pauza et al. [124], en appliquant un modèle d'automates cellulaires, retrouvent d'ailleurs des textures très proches de celles observées dans notre travail. Leurs résultats reposent sur une équation de Rosenthal modifiée de sorte à mieux modéliser la forme tridimensionnelle du bain (superposition d'une source ponctuelle et d'une source linéaire). Les mobilités des interfaces ont également été rendues dépendantes du gradient thermique [124].

Pauza montre qu'avec l'augmentation de la vitesse (i.e. baisse de la densité d'énergie), la texture passe de la composante cube à GOSS pour finir par devenir plus isotrope (mais en gardant une légère

composante cube et GOSS). Ce résultat semble concorder avec nos observations mais est en désaccord avec les travaux d'Higashi et al. [80] qui observent le comportement complètement inverse ! Texture cube aux fortes vitesses passant par du GOSS avant de devenir isotrope aux faibles vitesses.

Nuançons toutefois ces propos. D'abord, Higashi et al. ont travaillé sur du molybdène (λ et $\rho.C_p$ proche de celui des alliages d'aluminium). Mais ils ont aussi mis en évidence que l'épaisseur des couches et la distance entre lignes (tous paramètres égaux par ailleurs) ont aussi une grande influence sur la texture [80]. Si les choses sont comparables à l'échelle d'une étude, la comparaison d'une étude à l'autre est plus délicate. Notons que ces deux dernières études datent de 2020, révélant que des travaux sont encore nécessaires pour comprendre tous les mécanismes de formation des textures.

Formation de la texture en balayage croisé

La texture est très différente en balayage croisé. Nous avons cherché à évaluer dans quelle mesure le balayage croisé peut être assimilé à une succession de balayages unidirectionnels dans des directions perpendiculaires. Pour cela, nous avons sommé la texture du cube 9 avec la même texture tournée de 90° et nous avons comparé le résultat à la texture du cube 2 (Figure 110). La texture « somme » relative au petit cube 9 se caractérise par des pôles (100) marquées suivant les directions de balayage du laser. Les deux textures sont qualitativement proches mais celle créée par superposition de balayages unidirectionnels est beaucoup plus marquée (indice de texture de 1,397 pour le petit cube 2 contre 4,2 pour le petit cube 9).

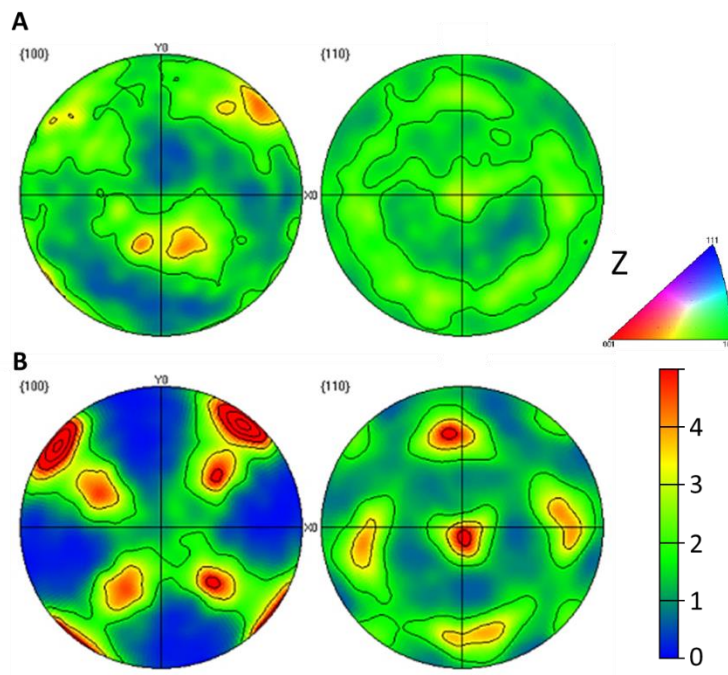


Figure 110: A) Figures de pôles présentant les orientations (100) et (110) du petit cube 2 ; B) Figures de pôles présentant les orientations (100) et (110) des textures superposées relatives au petit cube 9

Ces résultats confirment indirectement que la sélection d'orientations se fait via la propagation et le renforcement de grains par refusion/re-germination en épitaxie. La texture plus isotrope du petit cube 2 peut ainsi être due à une compétition entre orientations : en effet, dans un balayage croisé comme dans le cas du petit cube 2, le gradient thermique change à chaque couche. Le schéma suivant peut expliquer l'idée de cette « compétition d'orientations » d'une couche à une autre dans le cas du petit cube 2 (Figure 111). Cela confirme que les changements de balayage successifs permettent de rendre la texture plus isotrope.

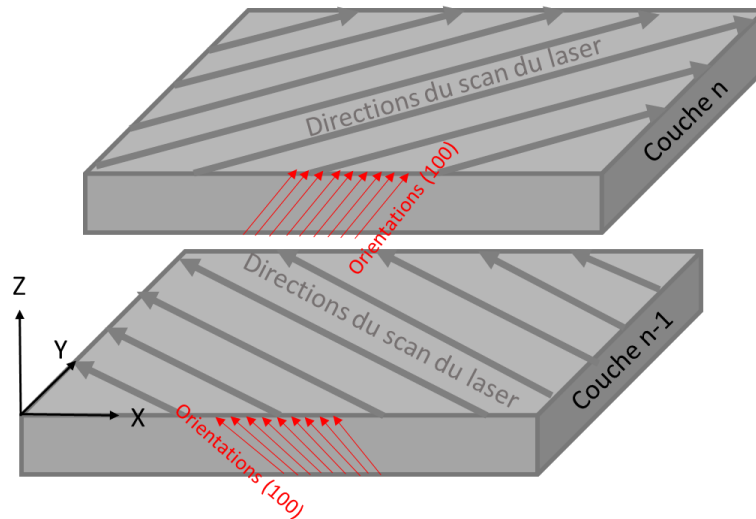


Figure 111: Compétition des orientations (100) d'une couche à une autre sous l'effet du changement de la direction de lasage

III.3. Stabilité de la microstructure standard de SLM

Il est bien connu que le processus de fabrication additive métallique produit des structures hors d'équilibre et des contraintes internes, ces dernières pouvant conduire à des phénomènes de recristallisation, directement pendant la fabrication ou à la mise en service à haute température. Pour des applications à haute valeur ajoutée, les pièces brutes de fabrication sont généralement soumises à des traitements thermiques allant de simples traitements de relaxation des contraintes résiduelles jusqu'à de la compression isostatique à chaud (HIP) visant à combler les dernières porosités, en passant par des traitements thermiques intermédiaires pour faire apparaître des précipités favorables aux propriétés mécaniques (phase γ'' pour l'Inconel 625). Ainsi, pratiquement il n'existe pas de pièce en superalliage élaborée par fabrication additive qui serait mise en fonctionnement sans passer par un traitement thermique préalable.

Cette thèse ne portait pas sur l'optimisation de la microstructure de l'Inconel 625 FA, mais nous avons tout de même consacré un peu de temps en début de thèse pour étudier la stabilité thermique de la microstructure brute de fabrication. Nous avons cherché, d'une part à savoir si des mécanismes de recristallisation pouvaient intervenir au chauffage, d'autre part à faire précipiter la phase Ni_3Nb , dite phase δ , qui n'était pas présente dans les pièces reçues. Par contre, nous ne nous sommes pas intéressés à la mesure des contraintes internes issues du procédé car celles-ci avaient probablement été modifiées du fait de la découpe des pièces et/ou par un éventuel traitement de détensionnement utilisé par le fournisseur avant découpe.

Nous avons tout d'abord cherché à connaître la température à partir de laquelle la microstructure brute de fabrication était susceptible d'évoluer sous l'effet des contraintes laissées par le procédé. Pour cela, des morceaux du parallélépipède ont été soumis à un recuit d'une heure à différentes températures comprises entre 700 et 1100°C, la température maximale étant limitée par les fours disponibles au laboratoire. En pratique, des traitements ont été effectués tous les 200°C, puis le domaine de recristallisation a été affiné par des traitements à des températures intermédiaires. Les grains ont été observés principalement par MEB/EBSD. La Figure 112 donne l'évolution des microstructures obtenues à l'issue des différents recuits. En plus des cartes en IPF/Z, le KAM (Kernel Average Misorientation) a été utilisé. Cet indicateur consiste à calculer la moyenne des angles de désorientation entre un pixel central et ses 8 premiers voisins (voisinage 3x3), seulement si ceux-ci appartiennent au même grain (détection à 3°) [127]. Le KAM évolue à peu près comme la densité locale de dislocations géométriquement nécessaires [128].

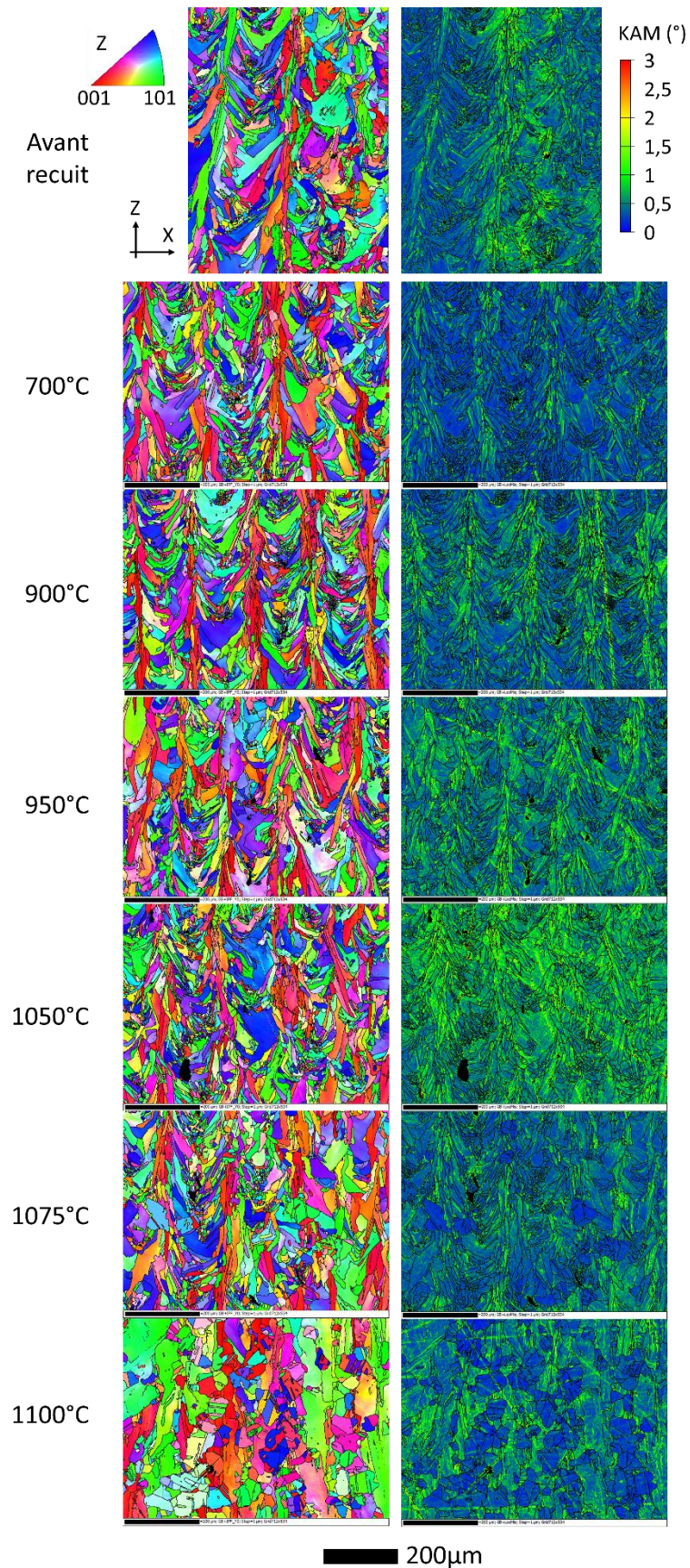


Figure 112 : Cartes EBSD en IPF/Z et en KAM de microstructures obtenues après recuit d'une heure à différentes températures

L'observation des cartes IPF ne montre pas d'évolution significative jusqu'à 1075°C. A 1100°C une recristallisation incomplète est observée. Cette recristallisation s'accompagne aussi d'une évolution

de la texture cristallographique. Sur la Figure 113, les orientations cristallines des grains recristallisés dans l'échantillon traité à 1100°C ont été séparés du reste et leur texture cristalline est reportée sur les figures de pôles sous-jacentes. On y voit que les grains recristallisés ne présentent pas de texture particulière, alors que les autres conservent la texture initiale du parallélépipède. La structure polycristalline de SLM apparaît donc très stable, puisqu'il faut remonter bien au-delà de la température maximale d'utilisation de cet alliage pour détecter une évolution de la forme des grains et de leur texture.

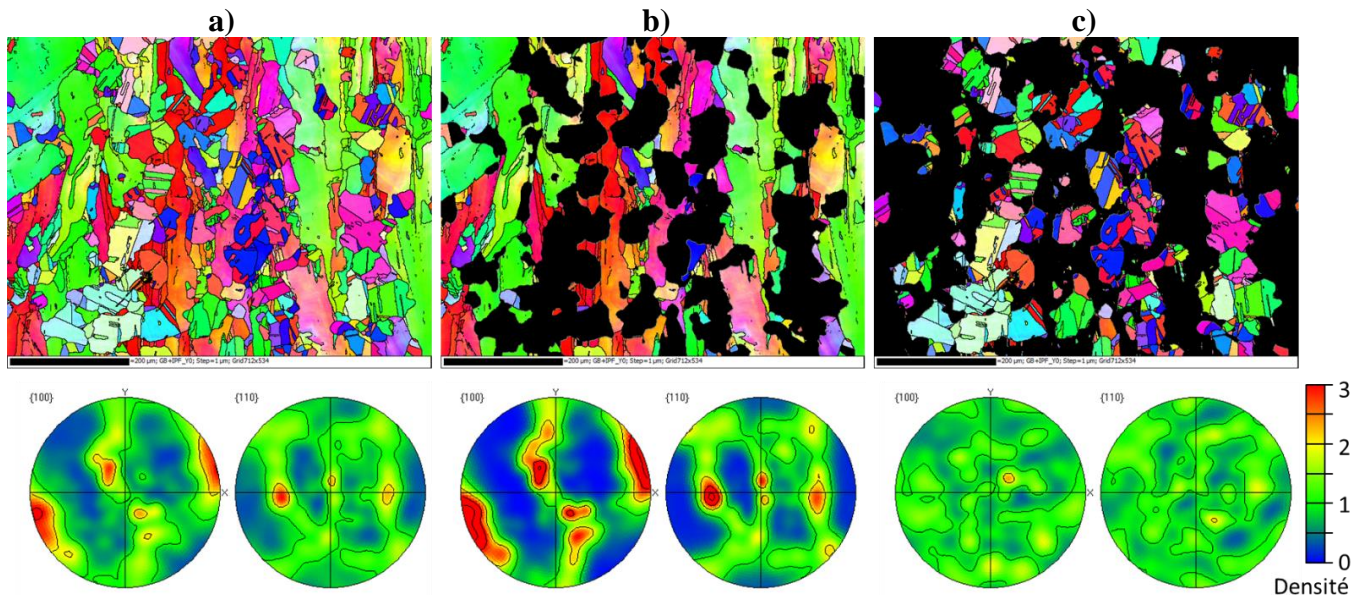


Figure 113: Cartes EBSD en IPF/Z et figures de pôles correspondantes de l'échantillon traité 1h à 1100°C ; a) microstructure complète ; b) grains non-recristallisés seuls ; c) grains recristallisés seuls

L'analyse des valeurs de KAM permet cependant de détecter une évolution plus subtile à l'intérieur des grains. En effet, la distorsion intragranulaire semble augmenter entre 700°C et 1075, avant de diminuer à 1100°C. Pour faciliter l'interprétation, la moyenne des KAM par carte a été reportée sur l'histogramme de la Figure 114.

Soulignons d'abord que les valeurs de KAM ne sont pas forcément homogènes au sein du matériau initial. Elles sont beaucoup plus élevées dans les grains colonnaires que dans ceux en chevrons. Mais on rencontre aussi des variations d'une « pile de cordons de lasage » à l'autre. Cela est clair dans la carte EBSD avant recuit, où l'empilement de cordons de gauche présente un KAM moyen de 0,43° contre 0,58° pour celui de droite. Ces valeurs ont été reportées sous forme d'une barre noire dans la Figure 114. Elles sont indicatives de la marge d'erreur dans l'interprétation. Par ailleurs, sur certaines cartes, le KAM moyen peut être surévalué à cause de la présence de rayures (950 et 1100°C), mais cette surévaluation reste de l'ordre de 2% (KAM surévalué de 0,5° sur moins de 2% des pixels de la carte).

A la montée en température et jusqu'à 700°C, le KAM baisse légèrement. Cela est probablement dû à de la restauration, aucune précipitation de phase incohérente n'étant susceptible d'apparaître lors d'un tel traitement selon les TTT disponibles dans la littérature (cf. Figure 12). Au-delà de 700°C, le KAM moyen augmente avec la température de traitement jusqu'à atteindre à un maximum à 1050°C. Cette augmentation est le signe d'une formation de dislocations qui pourrait être causée par de la précipitation, comme cela a été observé dans les alliages de titane [129]. Cette gamme de températures correspond au domaine d'apparition de la phase δ . Les temps d'incubation de la transformation $\gamma + \gamma'' \rightarrow \gamma + \delta$ sur un alliage non ou faiblement déformé sont supérieurs à 1h, mais plusieurs études menées sur des pièces fortement écrouies ou des pièces de fabrication additive rapportent de la précipitation de phase δ lors de traitements de 1h [52,130,131]. L'observation microstructurale a confirmé la présence d'une phase essentiellement intergranulaire après traitement thermique qui

pourrait être la phase δ . En effet, elle apparaît en clair, signe qu'elle est plus riche en éléments lourds (Nb) que la matrice (Figure 115.b). Cette phase étant connue pour épingleur les joints de grains, cela expliquerait également le fait que la microstructure de fabrication n'évolue pas dans cet intervalle. A noter que les distorsions pourraient aussi être causées par la précipitation de carbures, voire de phases de lave, comme cela a été également (mais plus rarement) rapporté [44].

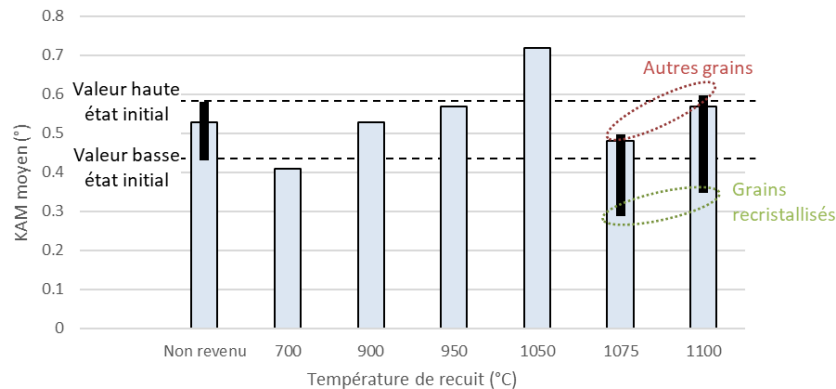


Figure 114 : Valeurs moyennes du KAM dans les cartes EBSD de la figure 47. Les barres noires indiquent les valeurs moyennes de sous populations de grains isolées manuellement dans les cartes.

Ces résultats semblent en désaccord avec l'étude de Ternier et al. [132]. Dans leur travail, le KAM est constant jusqu'à 980° puis diminue au-delà. Plusieurs différences permettent d'expliquer cela. D'abord, leur résolution angulaire est inférieure puisque même les grains recristallisés ont un KAM supérieur à 0,5°. Ensuite, la stratégie et la densité de puissance sont telles que les microstructures présentent seulement des grains colonnaires où la densité de dislocations est naturellement élevée.

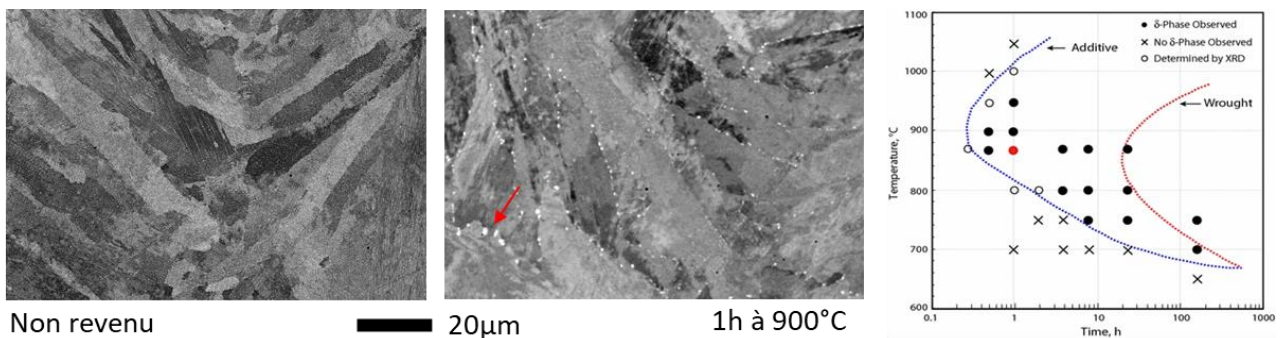


Figure 115: Microstructure de l'échantillon non revenu et traité 1h à 900°C ; la flèche indique un groupe de précipités intergranulaires. Courbe TTT de précipitation de la phase δ dans un IN625 corroyé ou issu de fabrication additive [133].

A partir de 1075°C, les premiers grains recristallisés apparaissent avec des niveaux de KAM très bas qui sont caractéristiques de la résolution angulaire de la carte EBSD [134]. C'est probablement à la faveur de la dissolution de la phase δ que la mobilité des joints de grains augmente et permet à la recristallisation de démarrer. La Figure 116 montre une cartographie EBSD à plus fort grandissement de la microstructure traitée à 1100°C. Elle met bien en évidence que cette microstructure comporte une part de grains recristallisés, équiaxes et traversés de macles, une part de grains restaurés présentant des sous-joints et des structures non-restaurées où les valeurs de KAM sont très élevées.

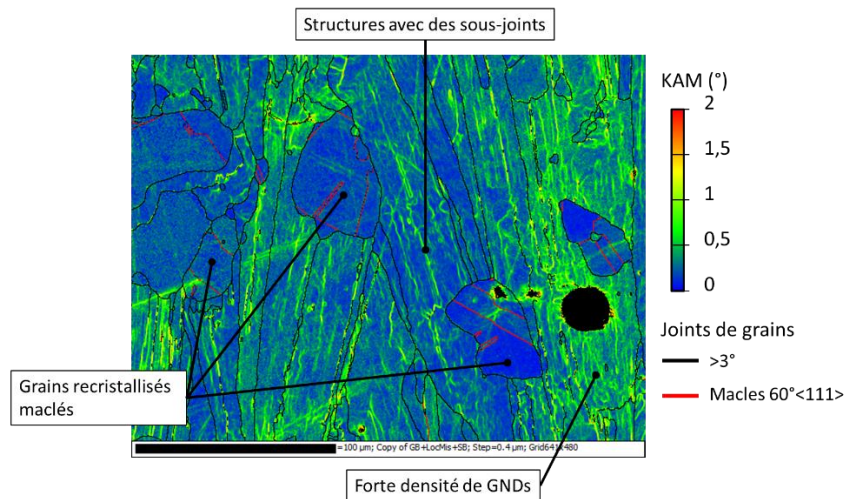


Figure 116 : Structure traitée à 1100°C pendant une heure à plus fort grandissement

A noter enfin que, pour confirmer l'hypothèse de l'apparition de la phase δ à 900°C (Figure 115), nous avons effectué plusieurs traitements longs (4 jours) à la température du nez de transformation (env. 870°C ; cf. Figure 117). Nous n'avons pas été en mesure d'indexer cette phase par DRX, mais les traitements les plus longs permettent d'observer des précipités avec une morphologie caractéristique en plaquettes illustrée Figure 117. Une analyse chimique par EDS a confirmé que ces plaquettes sont bien enrichies en niobium.

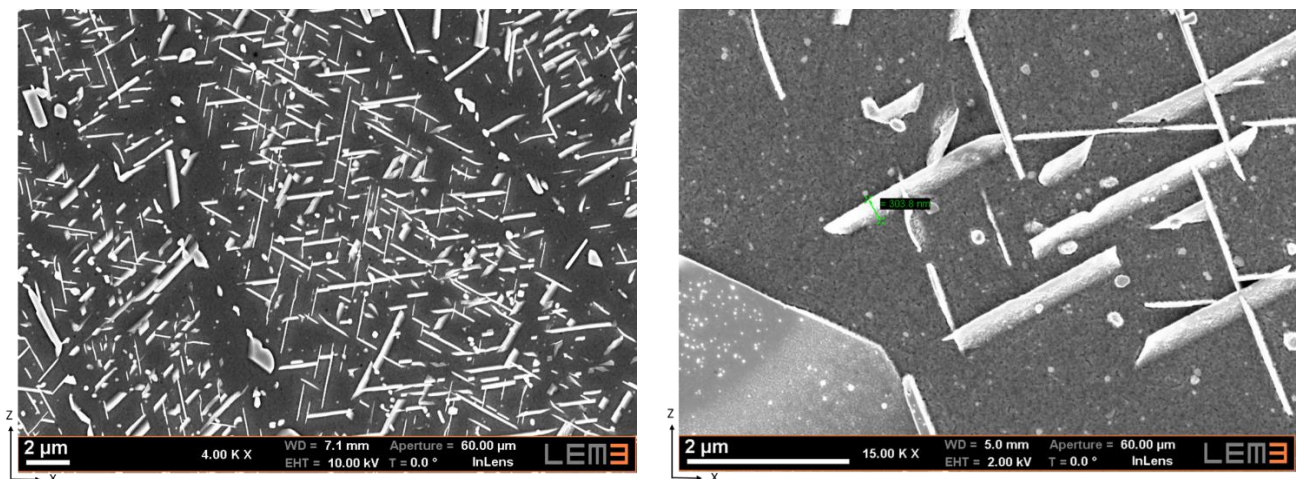


Figure 117: Observation MEB de la microstructure d'un échantillon extrait du parallélépipède et recuit 4 jours à 870°C

III.4. Conclusions

Dans cette partie, la microstructure et la texture cristalline des pièces en Inconel 625 fabriquées dans des conditions industrielles standard ont été étudiées en profondeur. Cette étude a permis d'une part de déterminer une bonne partie de la stratégie de fabrication comme la distance inter-bains de fusion, l'épaisseur des couches et la séquence de lasage (inclinaison de la direction de lasage, stratégie en « stripes » de 10 mm de large décalés d'une couche à l'autre...). D'autre part, nous avons pu avancer dans la compréhension des mécanismes de genèse des textures issues de ce type de procédé. Pour cela, nous nous sommes appuyés également sur la caractérisation de pièces élaborées en utilisant une stratégie de dépôt par balayage unidirectionnel plus facile à analyser.

Globalement, les pièces élaborées dans des conditions standard sont de bonne qualité métallurgique (moins de 0,2% de porosités finement distribuées et excellente stabilité microstructurale. Leurs textures cristallines sont peu marquées, ce qui suggère une bonne isotropie des propriétés mécaniques. Les différences observées entre pièces semblent plus liées à l'utilisation d'équipements différents qu'à un effet de géométrie. Ces textures sont composées d'un fond continu aléatoire où deux composantes sont légèrement renforcées, toutes deux partageant un pôle [100] dans la direction de lasage : la composante cube possède en outre une direction [100] dans la direction Z d'empilement des couches alors que les composantes GOSS ont leur direction [110] dans cette direction. La texture globale peut donc être représentée par une superposition des deux textures élémentaires « GOSS » et « Cube », dans des proportions variables suivant l'équipement utilisé, i.e. les paramètres du procédé.

L'origine des textures a été recherchée sur la base des mécanismes de sélection d'orientations de cellules/dendrites de solidification croissant dans un gradient thermique. Cette analyse a conduit à proposer d'une part que cette sélection ne peut se faire qu'à travers plusieurs cordons de fusion successifs, ce qui nécessite que les grains resolidifient en épitaxie avec les grains de la couche précédemment déposée. D'autre part, les orientations préférentielles dépendent fortement de la forme des bains de fusion, elle-même très sensible aux conditions opératoires. Cette sensibilité doit être encore plus marquée en SLM, procédé pour lequel les densités d'énergie délivrées sont particulièrement faibles.

La faible intensité des textures cristallines issues des conditions d'élaboration SLM standard n'était pas forcément attendue au regard de la littérature disponible en début de thèse. D'un côté, il s'agissait d'une information très positive puisqu'elle a permis de conclure très tôt qu'il n'était pas nécessaire de modifier les outils de CNC par propagation des ultrasons pour contrôler avec précision des pièces fabriquées par ce nouveau procédé industriel. En contrepartie, la faible anisotropie élastique du matériau, couplée à l'impossibilité de disposer de pièces pour lesquelles les directions principales d'anisotropie auraient été communes aux axes de symétrie des pièces (cf. Chap. II) a compliqué les analyses prévues et rapportées dans les deux chapitres suivants.

Chapitre IV : Effet des paramètres SLM sur la microstructure et la texture cristalline

La vitesse, la puissance et la trajectoire du laser (parcours de balayage, distance entre lignes et entre couches) sont les paramètres clés qui gouvernent, en premier lieu, les phénomènes thermiques pendant la fusion, la refusion et la solidification de la poudre d'Inconel 625 [20,135]. Ils déterminent la croissance cristalline en cours de solidification, puis la microstructure, qui elle-même gouverne les propriétés mécaniques de la pièce finale. D'autres paramètres peuvent influencer aussi ces phénomènes, comme le flux du gaz de protection [136–138], ou même parfois la géométrie de la pièce elle-même [120], ainsi que les caractéristiques de la poudre [68]. En ce qui concerne le laser utilisé pendant le procédé, il y a plusieurs propriétés liées à ce dernier qui peuvent être très intéressantes dans l'étude de son effet sur les propriétés du matériau résultant de l'impression 3D. Le focus du laser intéresse aussi certains chercheurs qui ont investigué son effet direct sur la pièce produite par SLM [28]. D'autres facteurs, notamment de post-production comme les traitements thermiques [55], peuvent aussi influencer les caractéristiques microstructurales et mécaniques des pièces fabriquées en SLM.

Dans cette partie de notre étude, nous nous sommes intéressés à l'effet de certains de ces paramètres sur la microstructure et la texture cristalline du matériau. Les paramètres du procédé concernés sont plutôt ceux mis en jeu pendant le déroulement du processus de fabrication, ni avant (comme par exemple les propriétés de la poudre), ni après (par exemple les traitements thermiques). Ces paramètres sont la puissance, la vitesse, la trajectoire (ou stratégie) de balayage et le focus du laser. Le matériau a été caractérisé quantitativement par le taux de porosités et l'indice de texture cristalline. Nous présentons d'abord le plan expérimental adopté et l'ensemble des données quantitatives obtenues, avant d'analyser les effets des paramètres du procédé sur les porosités puis la texture du matériau.

IV.1. Approche expérimentale et résultats bruts

Pour cette partie, nous avons travaillé essentiellement avec les 14 cubes de petite dimension ($10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$), dont les paramètres de fabrication sont rappelés dans le Tableau 8. Outre la stratégie de balayage (croisée/standard ou unidirectionnelle), nous avons fait varier la puissance et la vitesse du laser de 25% autour des conditions standards (non communiquées par le fournisseur), ce qui correspond aux valeurs 75, 100 et 125% apparaissant dans le tableau. Enfin, 3 conditions de focalisation du laser ont été utilisées, correspondant aux focus standard, mini et maxi. Là également, nous manquons d'indications du fournisseur, mais la condition standard correspond a priori à une focalisation sur la couche à fondre, et les deux autres à des focalisations au-dessus et en dessous de cette couche.

Chaque cube de dimension $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ de la série a été découpé et observé par microscopies optique et électronique à balayage, ainsi que par EBSD, selon les conditions indiquées au Chap. II, pour en caractériser la microstructure et la texture. Du cube 1 jusqu'au cube 7 (balayage croisé), les plans analysés sont XY et XZ (équivalent à YZ). A partir du cube 8 jusqu'au cube 14 (balayage unidirectionnel), des coupes ont été effectuées dans les trois plans XY, YZ et XZ. La fraction surfacique de porosités (ou taux de porosité) a été mesurée par analyse d'images de microscopie optique selon les différentes surfaces de coupe (cf. §.II.2.2.3). L'intervalle de confiance à 95% a été déterminé par une formule de statistique classique également indiquée au §.II.2.2 Ces deux informations sont reportées pour chaque cube dans le Tableau 8. Des cartographies EBSD et des figures de pôles ont été tracées pour chaque cube et sont présentées plus loin dans ce chapitre. Dans le Tableau 8, le seul marqueur utilisé pour quantifier l'intensité de l'anisotropie cristalline introduite par le procédé est l'Indice de Texture, dont la définition est également donnée au §.II.2.3. Pour un même cube, différentes cartographies EBSD ont été réalisées dans différents plans d'observation,

puis assemblées en un seul jeu de données pour calculer cet indice à l'aide du logiciel ATEX. Les surfaces totales cartographiées étaient d'environ 2,5 mm² pour les cubes 1 à 7 et 3,7 mm² pour les cubes 8 à 14. L'estimation de l'incertitude de l'indice de texture est beaucoup plus délicate et n'a pas été réalisée. Rappelons que l'anisotropie cristalline est d'autant plus élevée que l'indice de texture est grand, mais qu'une même valeur d'indice peut traduire des types de texture différents.

Les valeurs moyennes et incertitudes des mesures effectuées sur chaque cube sont rassemblées dans le Tableau 8, en utilisant le code de couleur suivant : les cases jaunes présentent les valeurs de taux de porosités et d'indices de texture dans les deux cas standards de fabrication que sont les cubes 2 (croisé) et 9 (unidirectionnel). Les cases roses correspondent aux valeurs maximales de chaque quantité calculée et les cases bleues aux valeurs minimales.

Tableau 8: Taux de porosités (A) et indices de texture (B) relatifs à chaque cube analysé

Stratégie	Cube	Puissance du laser	Vitesse du laser	Focus du laser	A		B	
					Taux de porosités moyen (%)	Incertitude	Indice de texture (cartes rassemblées)	
Croisée/standard	Cube1	75%	100%	Standard	0,258	0,028	1,307	
	Cube2	100%	100%	Standard	0,174	0,029	1,397	
	Cube3	125%	100%	Standard	0,198	0,021	1,833	
	Cube4	100%	100%	Mini	0,07	0,011	2,505	
	Cube5	100%	100%	Maxi	0,028	0,005	3,494	
	Cube6	100%	75%	Standard	1,403	0,128	1,523	
	Cube7	100%	125%	Standard	0,114	0,011	1,274	
Unidirectionnelle	Cube8	75%	100%	Standard	0,165	0,029	1,766	
	Cube9	100%	100%	Standard	0,163	0,023	4,2	
	Cube10	125%	100%	Standard	0,222	0,027	2,313	
	Cube11	100%	100%	Mini	0,028	0,012	4,103	
	Cube12	100%	100%	Maxi	0,042	0,021	3,537	
	Cube13	100%	75%	Standard	0,859	0,079	4,319	
	Cube14	100%	125%	Standard	0,124	0,039	3,378	
					Moyenne du taux de porosités	0,275	Moyenne des Indices de texture	2,639
					Valeur minimale du taux de porosités	0,028	Valeur minimale de l'indice de texture	1,274
					Valeur maximale du taux de porosités	1,403	Valeur maximale de l'indice de texture	4,319

Légende de couleur :	Valeurs dans les cas standards
	Valeurs minimales
	Valeurs maximales

IV.2. Analyse de l'effet des paramètres sur le taux de porosités

Le Tableau 8 montre que les taux de porosités sont en général très faibles (inférieurs à 0,2%) dans les différents cubes -sauf dans le cas particulier des vitesses lentes qui sera discuté plus loin- et que la stratégie de lasage semble avoir assez peu d'impact sur la qualité du produit. Le taux de porosité dans le cas standard d'un balayage croisé de paramètres laser standard est de l'ordre de 0,17%, alors qu'il est de 0,16% dans le cas d'un balayage unidirectionnel de mêmes paramètres (cube 9). Cette première observation va à l'encontre de certaines autres études, par ex. Al Mangour et al. [139] ou Rashid et al [140], qui montrent qu'un balayage croisé apporte une densification plus élevée qu'un balayage unidirectionnel. Al Mangour et al. [139] notent que cette amélioration est liée à des couches plus uniformes et plus lisses. Ils proposent que les deux types de stratégies correspondent à des dissipations thermiques différentes. De ce fait, le balayage croisé conduirait à la formation des bains de fusion plus profonds et augmenterait ainsi la densité de l'échantillon fabriqué et la force de liaison entre les couches déposées, en assurant une meilleure zone de chevauchement entre couche. Dans ces deux études, on notera cependant que les deux passages -croisés ou unidirectionnels- sont faits sur une même couche de poudre étalée, contrairement à notre étude où ils ont été réalisés d'une couche à l'autre. Dans notre cas, on peut penser que la dissipation thermique sur une couche est moins impactée par la stratégie de balayage. La seule trajectoire de lasage ne change pas la densité d'énergie de surface apportée par le laser (cf. discussion ci-dessous), et cette densité est souvent directement reliée dans la littérature à la qualité du produit final.

La Figure 118 propose une autre représentation des données qui fait plus ressortir l'effet des différents paramètres. L'échelle des ordonnées a été fixée constante pour pouvoir comparer visuellement l'amplitude des effets des trois paramètres. On confirme que la stratégie de balayage semble avoir assez peu d'influence sur la fraction de porosités. De même, dans la gamme testée, les variations de la puissance du laser ne se traduisent pas par des modifications significatives du taux de porosité. On trouve dans la littérature beaucoup de travaux où la puissance a une influence majeure sur le taux de porosités. Un exemple est l'étude de Cunningham et al [64] où les auteurs ont trouvé que des valeurs très faibles de puissance de laser produisent des pièces avec un taux de porosités très important. La gamme de variation de puissance utilisée dans leur étude était cependant plus étendue (de 200 à 380 W) que la nôtre (de 75 à 125%). C'est le cas de la plupart des études qui montrent cet effet.

Dans notre étude, l'effet le plus marqué est observé pour la vitesse de déplacement. Le type de focalisation semble avoir également un effet, plus faible mais significatif. On peut noter que le taux de porosité le plus faible (inférieur à 0,05%) n'est pas obtenu dans les conditions standards du fabricant, mais avec un laser défocalisé. Les meilleurs résultats sont obtenus avec la défocalisation 'maxi' en balayage croisé et la défocalisation 'mini' en balayage unidirectionnel.

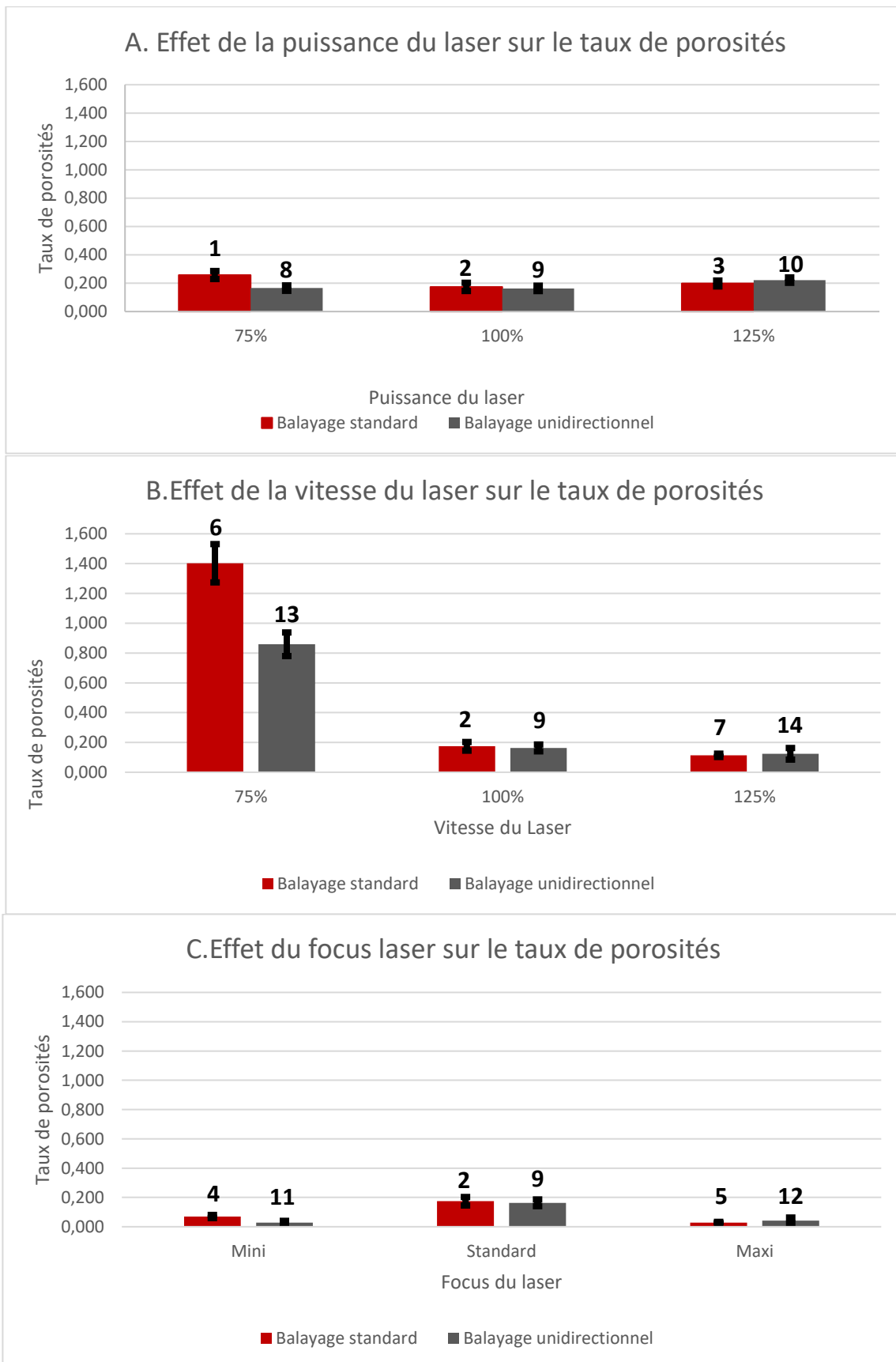


Figure 118: Evolution du taux de porosités avec la stratégie de balayage et avec (A) la puissance du laser, (B) la vitesse du laser et (C) la focalisation du laser ; les intervalles de confiance à 95% sont également indiqués

IV.2.1. Vitesse de lasage et effet Keyhole

Une façon courante de rassembler l'ensemble des paramètres de lasage en un seul facteur est d'utiliser la notion de densité de d'énergie du laser. Comme expliqué au Chap. I, ce paramètre représente -au rendement d'absorption près- la quantité d'énergie apportée par le laser au matériau par unité de temps et de volume (ou de surface). Il est souvent exprimé, en fonction des paramètres du procédé, comme $E_V = \frac{P_L}{e_C \cdot H_S \cdot V_S}$ [J/mm³] avec P_L la puissance du faisceau laser, D_S l'épaisseur de chaque couche, v_S la vitesse de balayage du laser, et h_S la distance entre lignes (hatching distance). Le lien entre ce paramètre et la densité des pièces fabriquées a souvent été relevé dans la littérature. Dans le cas de notre étude, le fournisseur de nos échantillons ne nous a pas communiqué les valeurs absolues des quantités nécessaires au calcul de la densité d'énergie. Nous introduisons donc la notion de densité d'énergie relative, E_r , telle que :

$$E_r = \frac{E_v}{E_v^0}$$

Où E_v^0 est la densité d'énergie en condition standard. En remplaçant E_v par sa valeur et en considérant que D_S et h_S sont constantes, on obtient :

$$E_r = \frac{P_L}{P_L^0} \times \frac{v_S^0}{v_S}$$

Où P_L/P_L^0 et v_S/v_S^0 sont finalement les données relatives en puissance et vitesse fournies par le fabricant.

La Figure 119 reporte l'évolution du taux de porosité en fonction de la densité d'énergie relative E_r . La densité d'énergie est en fait dépendante de la surface impactée par le faisceau laser, et donc de sa focalisation. Comme nous ne connaissions pas le lien entre le type de focalisation (mini, standard ou maxi) et la variation de cette surface, nous n'avons reporté que les valeurs correspondant à la focalisation standard. L'influence de la focalisation sera traitée plus loin. Par contre, nous avons considéré aussi bien le balayage croisé que directionnel.

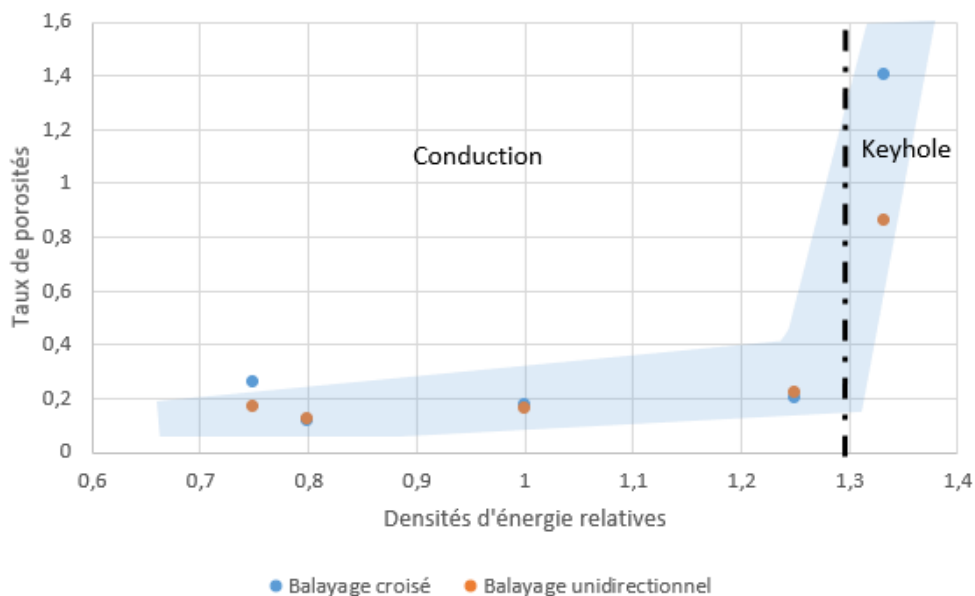


Figure 119 : Taux de porosités en fonction de la densité d'énergie relative

La Figure 119 indique clairement une augmentation importante du taux de porosités au-dessus d'une énergie relative d'environ 1,2. Comme il a été montré que l'influence de la variation de puissance était faible, cette évolution peut être principalement associée -dans la gamme des paramètres testée dans notre étude- à la variation de la vitesse de balayage.

La Figure 120 reporte des microstructures types observées dans des cubes fabriqués avec une densité

d'énergie faible (a et c) ou avec une densité d'énergie élevée (b et d). Les porosités observées dans le second cas sont réparties aléatoirement et leur forme est sensiblement sphérique. Dans le cas d'une densité d'énergie faible, la microstructure est similaire à celle du parallélépipède discutée au Chap. III.

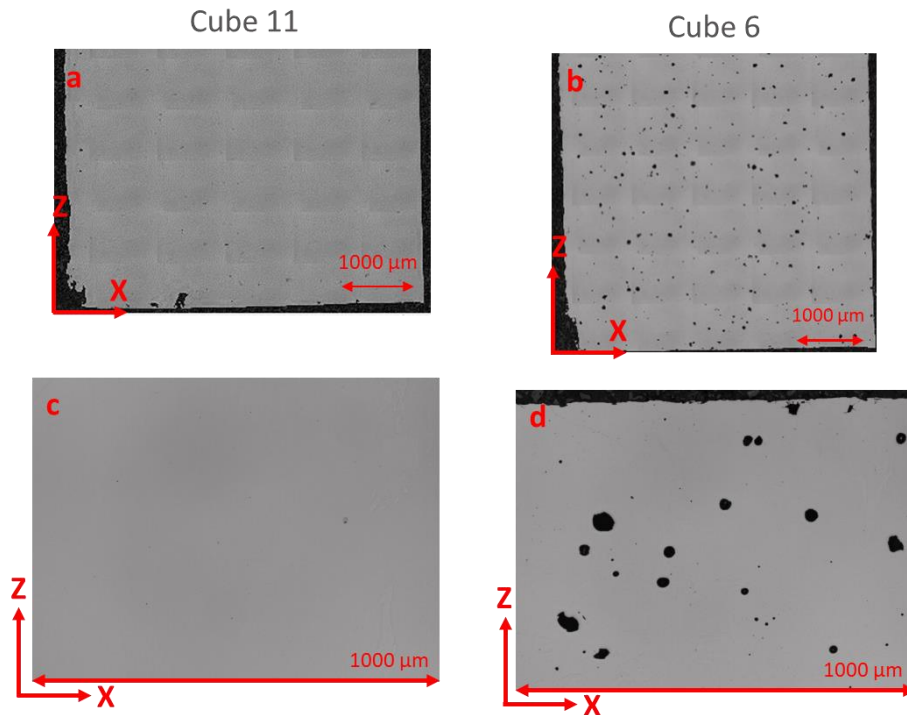


Figure 120 : Distribution des porosités dans la section des cubes 11 (a) et 6 (b) et illustration de quelques porosités à plus fort grandissement dans les cubes 11 (c) et 6 (d)

Ces observations plaident pour relier l'augmentation très forte du taux de porosité en-dessous d'une certaine vitesse de balayage critique au phénomène de Keyhole présenté au Chap. I. L'effet Keyhole se produit de la manière suivante : le mécanisme de fusion dans les conditions normales de fabrication est en conduction. Par contre, si une densité d'énergie « excessive » est envoyée dans la matière, la profondeur du bain de fusion est contrôlée par l'évaporation du métal. La fusion au laser en mode Keyhole entraîne des profondeurs de bain de fusion plus importantes que celles observées en mode conduction comme illustré Figure 121. L'effondrement de la cavité de vapeur formée par l'évaporation du métal peut entraîner une traînée de vides dans la pièce [62], ce qui produit des porosités généralement sphériques comme observées dans les cubes 6 et 13.

Par contre, sur la base de ce raisonnement, il est plus difficile d'expliquer que, à même densité d'énergie relative et à autres paramètres égaux, l'effet Keyhole soit significativement plus important (taux de porosité plus élevé) dans le cas du balayage croisé (cube 6) que dans celui du balayage unidirectionnel (cube 13). Dans le second cas, le bain de fusion de la couche suivante (couche n+1) repasse à peu près au-dessus du bain de fusion précédent (couche n). Il est alors possible qu'une partie des porosités piégées au centre des bains de fusion de la couche n soit évacuée lors de la refusion survenant à la couche n+1.

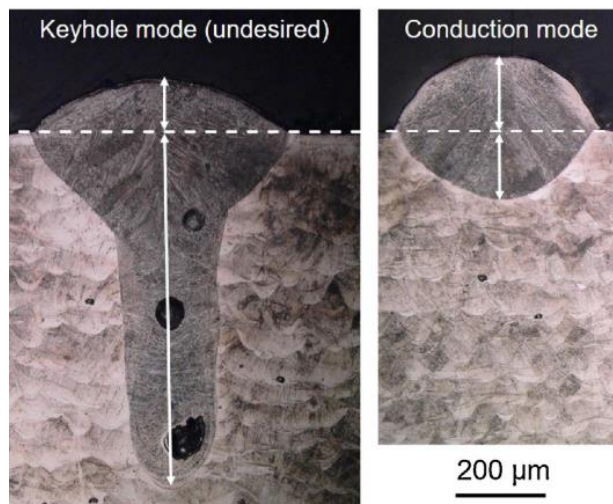


Figure 121 : Morphologies du bain de fusion typique de la fusion en mode Keyhole (à gauche) et de la fusion en mode de conduction (à droite) [28]

Nous avons pu vérifier que les conditions de Keyhole se retrouvent également dans les gros cubes $30 \times 30 \times 30 \text{ mm}^3$ élaborés pour cette étude. Un exemple en est donné à la Figure 122.

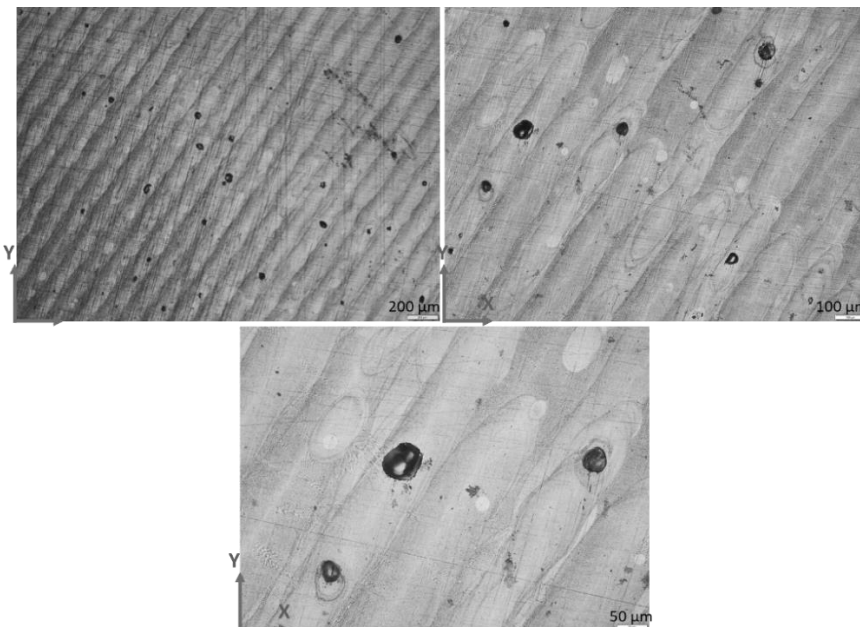


Figure 122 : Exemple de porosités présentes dans le plan XY du grand cube 13 élaboré par un balayage unidirectionnel et présentant aussi l'effet Keyhole

IV.2.2. Défocalisation et taux de porosités

Il a été noté plus haut que le type de focalisation a également un effet significatif sur le taux de porosités. Plus précisément la fraction de porosités mesurée est plus faible si on défocalise le laser au-dessus ou en-dessous de la couche à fondre. Ce résultat est intéressant car il montre qu'une amélioration du procédé est encore possible par rapport aux conditions standard du fabricant.

D'autres auteurs ont mis en évidence une influence de la focalisation du laser sur le taux de porosité, avec cependant des effets assez différents et des explications diverses. Metelkova et al. [28] montrent par exemple un effet asymétrique de la défocalisation (cf. Figure 123) associé à une transition d'un régime de convection à un régime de Keyhole. De leur côté, Bean et al. [24] mettent en évidence une relation encore plus complexe entre la position du plan de focalisation et le taux de porosités (cf. Figure 124) qu'ils attribuent d'une part à une transition entre un régime où les porosités proviennent

d'un manque de fusion à un régime de Keyhole, d'autre part à une distribution hétérogène de l'énergie du faisceau en cas de forte défocalisation. Dans les deux cas, on remarque cependant que les taux de densité en question sont beaucoup plus importants que dans notre étude, ce qui laisse penser que les amplitudes de défocalisation testées sont beaucoup plus importantes que les nôtres. Dans une gamme de faibles défocalisations, les deux études prédisent une asymétrie de l'effet entre focus positif et négatif que nous n'observons pas.

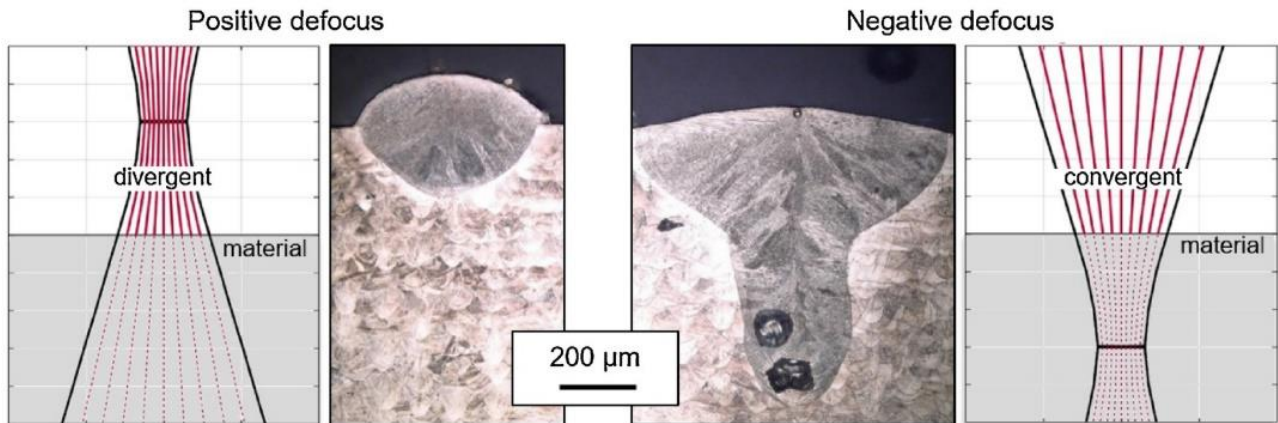


Figure 123 tirée de Metelkova et al. [28] : Illustration du passage d'un régime de convection à un régime de Keyhole associé à une variation du point de focalisation du faisceau laser

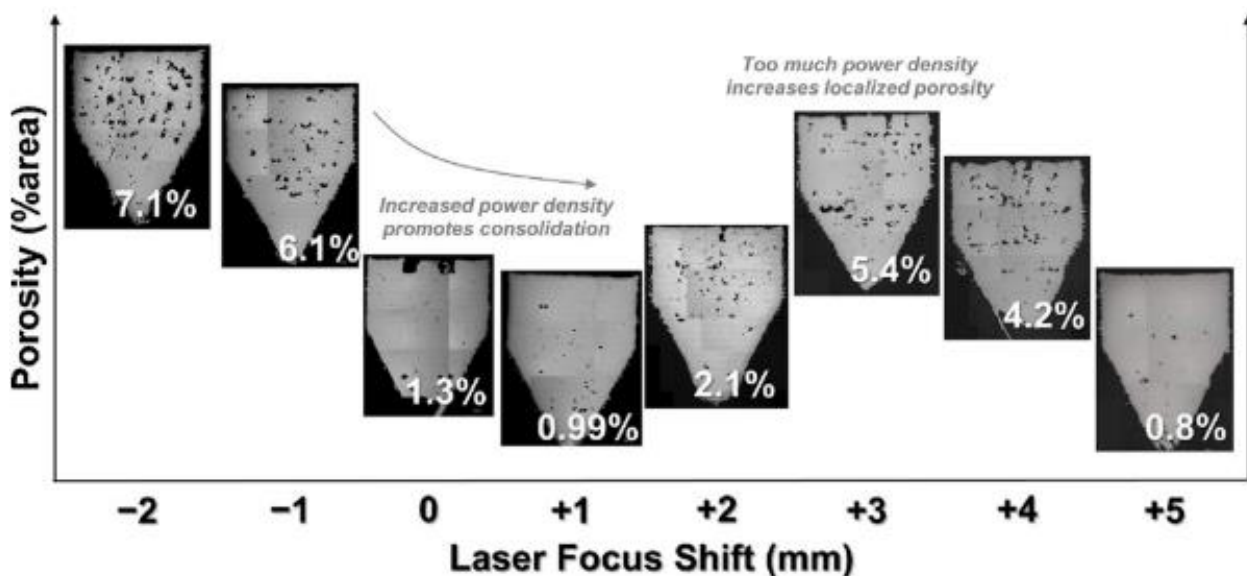


Figure 124 tirée de Bean et al. [24] : Variation des niveaux de porosité par rapport au décalage du plan de focalisation du laser ; les micrographies sont étiquetées avec les taux de porosité

Compte-tenu du peu d'information dont nous disposons sur les réglages du focus par notre fournisseur, il est difficile de donner une explication définitive sur la diminution du taux de porosités que nous observons en cas de défocalisation. Une explication relativement simple peut être tentée, en se souvenant que le balayage standard produit des porosités provenant en partie d'un manque de fusion (cf. Chap. III). La défocalisation au-dessus ou en-dessous de la couche à fondre correspond à un élargissement du diamètre du faisceau laser sur la couche (cf. schémas de la Figure 125), c'est-à-dire -à puissance constante- à une réduction de la densité d'énergie plus. Si on ne tient compte que de ce dernier paramètre, on s'attendrait donc à une augmentation du taux de porosités de ce type. Cependant, en régime de convection, la défocalisation conduit également à un bain moins profond mais plus large. A distance entre lignes (hatching distance) constante, ceci pourrait permettre d'éliminer certaines des porosités de manque de fusion présentes entre les lignes (Figure 125). Le niveau de porosités résiduelles se rapprocherait dans ce cas de celui des porosités dues au gaz piégé dans les particules de poudre.

Les observations faites dans cette thèse suggèrent que les paramètres standards utilisés par le fournisseur pourraient être encore légèrement optimisés, même si le niveau de densité obtenu est déjà très élevé. Cette optimisation pourrait être faite soit en gardant tous les paramètres constants mais en défocalisant le faisceau, soit en conservant la focalisation et les paramètres identiques, mais en réduisant la distance entre lignes, cette seconde solution se traduisant par une diminution du rendement de production.

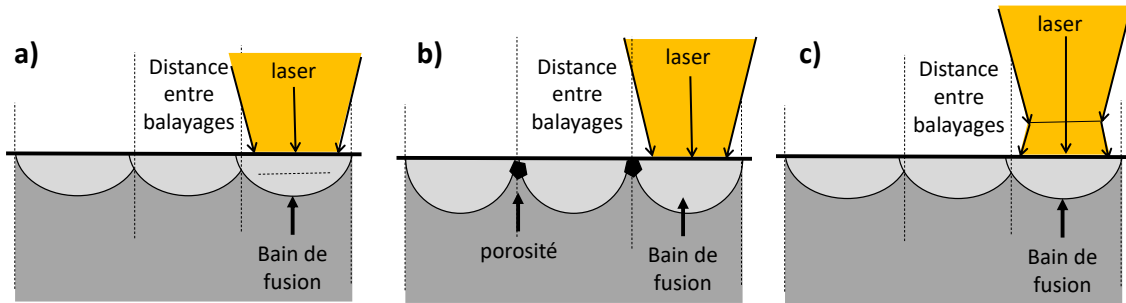


Figure 125 : Schémas explicatifs de l'élimination de porosités de manque de fusion par élargissement des bains de fusion à distance entre lignes constante ; la figure b) correspond à un faisceau focalisé sur la couche à fondre et les figures a) et c) à une focalisation sous et au-dessus de cette couche

En résumé, la Figure 126 positionne les différents cas discutés dans cette partie dans un diagramme [% porosités vs vitesse] inspiré de Tang et al. [21].

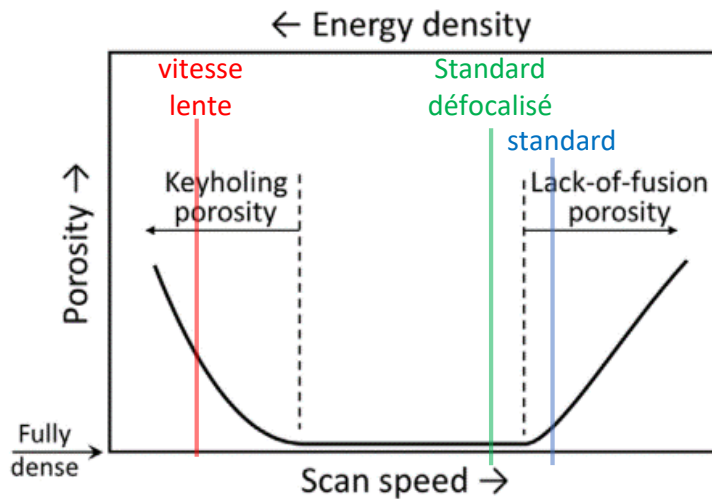


Figure 126 : Positionnement schématique des différentes conditions d'élaboration dans un diagramme donnant l'évolution du taux et du type de porosités en fonction de la vitesse de balayage (à puissance constante) ; d'après [21]

IV.3. Analyse de l'effet des paramètres du procédé sur la texture cristalline

Dans cette partie, on s'intéresse à l'effet de certains paramètres du procédé SLM sur la texture cristalline. Pour faire cette étude, on a cherché d'abord à trouver un paramètre qui permet de quantifier simplement la texture. Le choix a été fait d'utiliser l'indice de texture (cf. Chap. II) qui a été calculé, en utilisant le logiciel ATEX [110], sur l'ensemble des cartographies réalisées pour chaque cube. En outre, une observation des cartographies EBSD a été faite afin d'essayer de tirer quelques conclusions sur l'effet des paramètres du procédé sur la microstructure, au moins sur la morphologie des grains définis pour une désorientation de 15°. Une étude des figures de pôles a été aussi faite dans le but d'étudier l'effet de ces paramètres sur la texture cristalline.

Dans la Figure 127, trois graphiques montrent l'effet des paramètres du SLM sur l'indice de texture. Les graphiques A, B et C présentent respectivement l'influence de la puissance, de la vitesse, et du focus du laser sur l'indice de texture. Dans ces trois graphiques, les deux cas de balayage ont été séparés. Comme il a été dit plus haut, l'indice de texture est un marqueur quantitatif de l'anisotropie cristalline, mais il ne renseigne pas sur le type de texture observé dans les échantillons. Pour visualiser d'éventuelles différences sur ce point, nous avons également rassemblé sur la Figure 128 et la Figure 129 des figures de pôles $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ obtenues pour des cubes fabriqués, respectivement, par un balayage croisé et par un balayage unidirectionnel. Pour le balayage croisé, les axes de référence de ces figures sont les directions du cube X, Y (plan de lasage) et Z (direction de fabrication), alors que pour le balayage unidirectionnel, nous avons utilisé la direction de lasage DL, la direction transverse au lasage DT et la direction de fabrication Z.

L'observation de la Figure 127 amène à la première constatation que -contrairement à ce qui est observé pour les porosités- la stratégie de balayage a un fort impact sur l'anisotropie cristalline, et donc élastique, du matériau. Plus précisément, l'indice de texture est toujours plus important dans le cas d'un balayage unidirectionnel que dans le cas d'un balayage croisé, quels que soient les paramètres laser utilisés par ailleurs. Ce constat étend les conclusions du Chap. III. Il est en accord avec les résultats de nombreuses études antérieures [82,139,141] et valide les protocoles des fabricants de pièces SLM qui ont introduit empiriquement une rotation de la direction de lasage entre couches successives [83]. L'origine de l'atténuation de l'anisotropie par cette rotation a été discuté au Chap. III et ne le sera donc plus ici.

Pour le balayage croisé on note que, dans la gamme des paramètres testée, l'anisotropie reste globalement faible : l'indice de texture est rarement supérieur à 1,5, sauf dans le cas d'un laser défocalisé (voir plus loin). Ceci est illustré également par les figures de pôle avec des maximums très peu marquées sur la Figure 128. Cette série d'expériences et de caractérisations a ainsi permis de répondre par la négative à la question posée en début de thèse : l'anisotropie élastique présente dans des pièces industrielles fabriquées par SLM aura-t-elle des conséquences sur la qualité des contrôles non-destructifs par ultrasons, au point de devoir modifier les algorithmes de traitements de données utilisés, par exemple dans CIVA ? Dans la gamme des paramètres testée, nos résultats montrent de plus que cette faible texture associée au balayage croisé reste effective en cas de variations autour des conditions optimales. Ils infirment ainsi plusieurs études antérieures qui concluaient à une forte anisotropie associée au procédé de fabrication additive par SLM [87].

Dans la suite, nous analyserons successivement l'influence sur la texture de la vitesse et de la puissance du laser, puis l'effet d'une défocalisation du faisceau. Dans une dernière partie, nous discuterons plus particulièrement les microstructures obtenues dans le cas des balayages unidirectionnels.

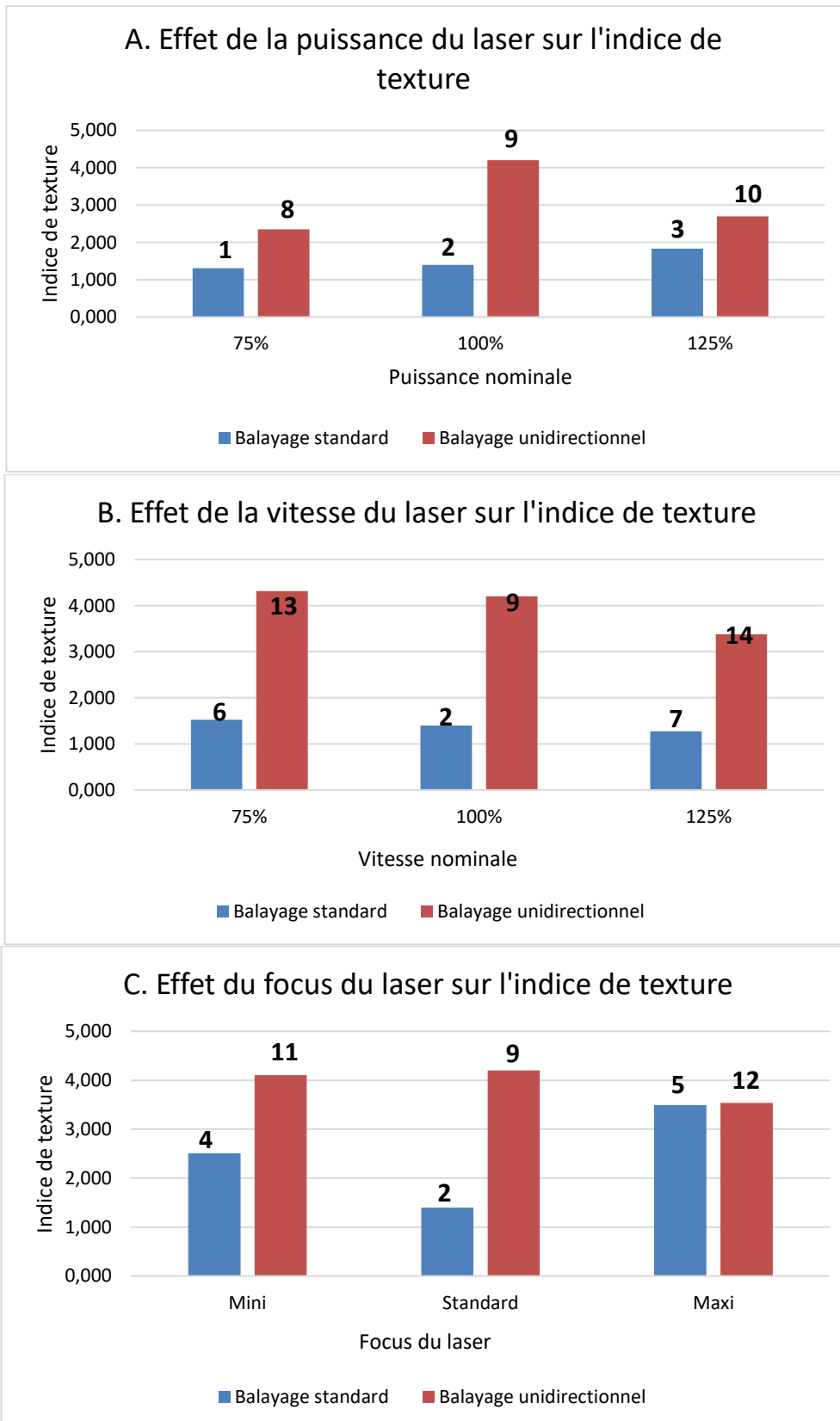


Figure 127 : Evolution de l'indice de texture avec la stratégie de balayage et avec (A) la puissance du laser, (B) la vitesse du laser et (C) la focalisation du laser

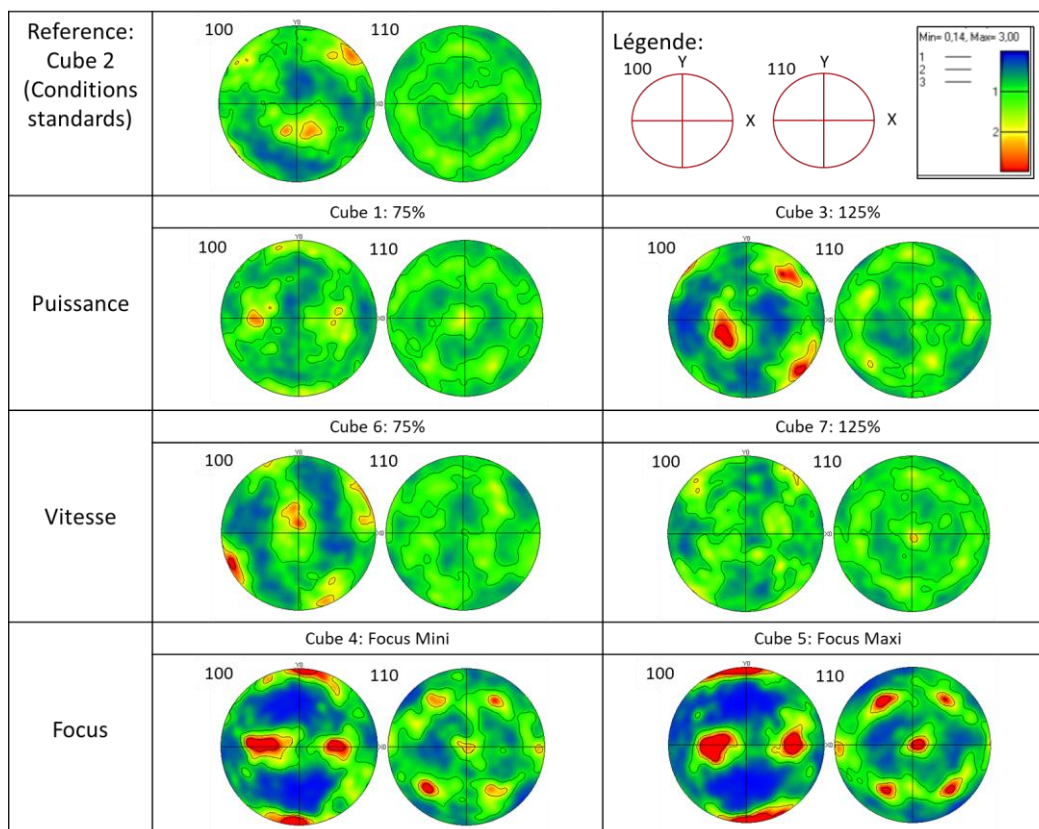


Figure 128 : Figures de pôles $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ des cubes réalisés par balayage croisé

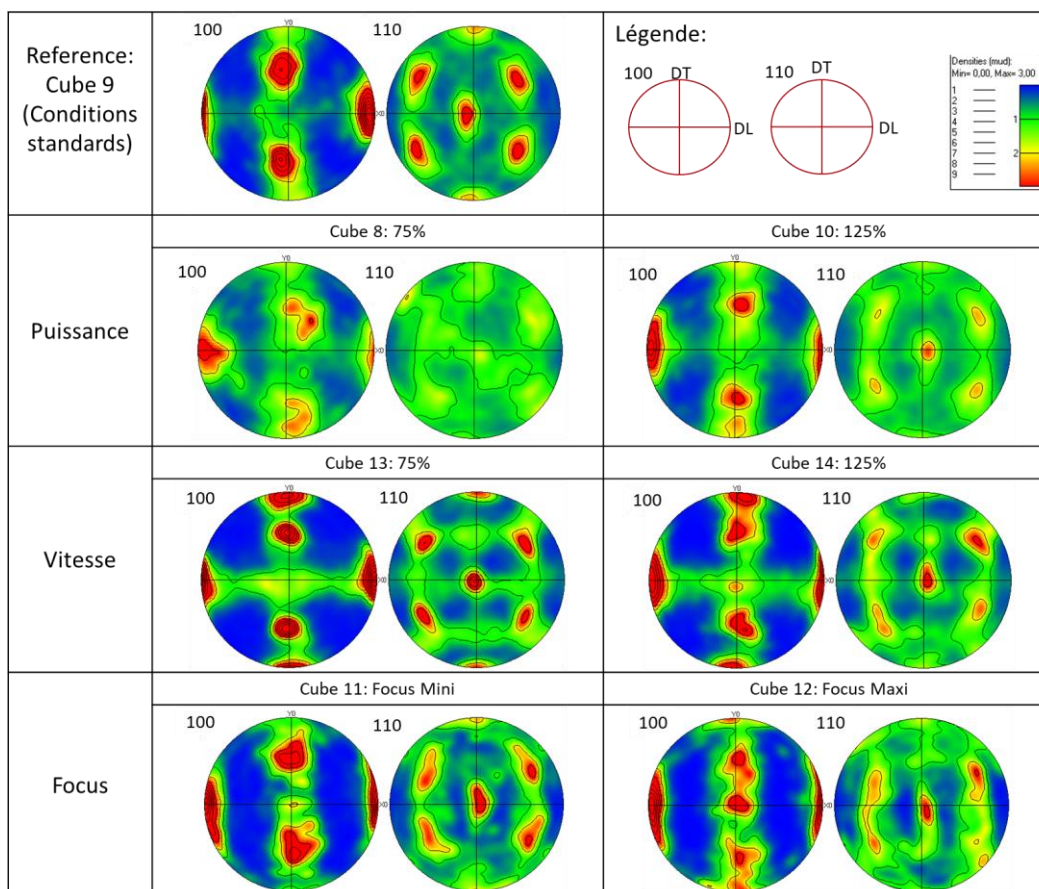


Figure 129 : Figures de pôles $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ des cubes réalisés par balayage unidirectionnel

IV.3.1. Densité d'énergie et texture cristalline

En ce qui concerne l'influence des paramètres de lasage, la Figure 127 (A) montre une légère augmentation de l'indice de texture avec la puissance du laser dans le cas du balayage croisé mais pas du balayage unidirectionnel. La Figure 127 (B) montre inversement une légère diminution de l'indice lorsque la vitesse de balayage augmente, évolution sensible surtout sur le balayage croisé et moins nette sur le balayage unidirectionnel. Comme au §.IV.2, nous avons tenté de représenter cette évolution en travaillant avec la densité d'énergie relative, E_r . La Figure 130 représente les valeurs de l'indice de texture en fonction de ce paramètre, pour les deux stratégies de balayage. Même si les courbes de tendances suggèrent une corrélation positive entre anisotropie et densité de puissance, les quelques données que nous avons recueillies ne permettent malheureusement pas de valider cette hypothèse. En effet, nous avons appliqué le test statistique classique [142] qui consiste à vérifier si

$$Z_{exp} \notin [-Z_C; +Z_C], \text{ avec } Z_{exp} = \sqrt{\frac{(n-2).R^2}{1-R^2}}$$

où n est le nombre de points de mesure, R^2 le coefficient de détermination de la droite de corrélation aux moindres carrés et $[-Z_C; +Z_C]$ est l'intervalle dans lequel se trouvent 95% des valeurs d'une variable aléatoire suivant une loi de Student-Fisher à $(n-2)$ degrés de liberté (test dit 'au risque 5%'). Dans notre cas, Z_C est égal à 3,18 alors que les valeurs Z_{exp} sont de 2,31 et 0,84 pour les balayages respectivement croisés et unidirectionnels. Ceci ne permet donc pas d'affirmer que la pente de la droite de corrélation est différente de 0, ni de conclure à une corrélation avérée entre densité de puissance et indice de texture. Dans le cas du balayage croisé, un nombre de points de mesure plus élevé aurait peut-être permis d'arriver à une conclusion plus forte. Dans le cas du balayage unidirectionnel, on observe en plus une très forte dispersion des données qu'il est difficile d'expliquer. Elle est peut-être liée à l'alternance observée de larges zones de textures assez marquées qui induirait une dispersion statistique plus grande des mesures (voir plus loin).

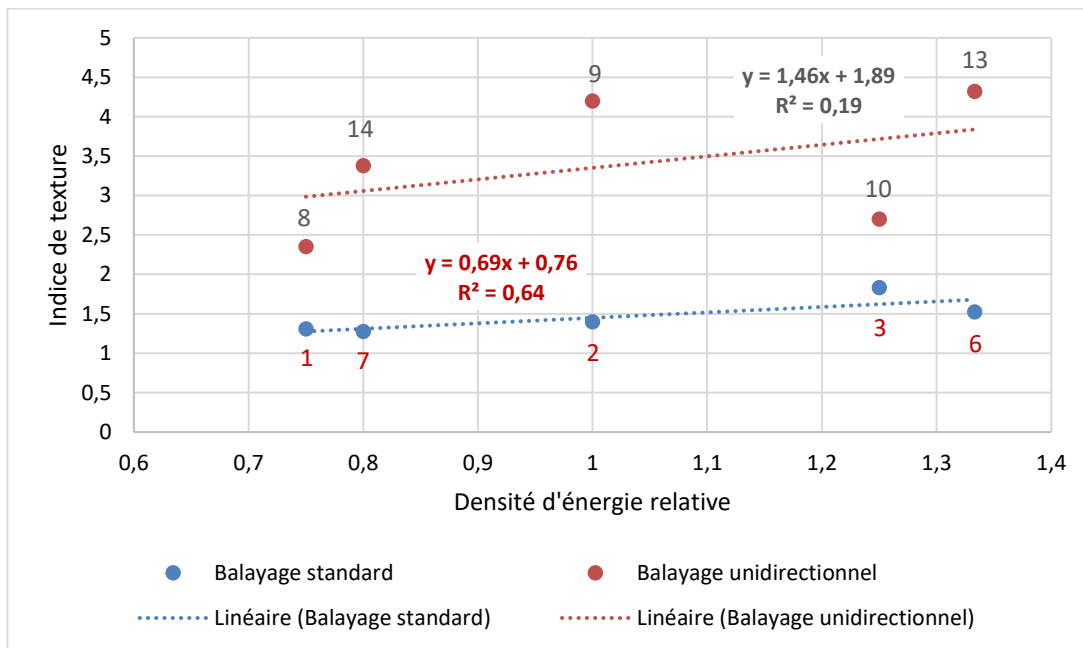


Figure 130 : Indice de texture en fonction de la densité d'énergie relative dans le cas de balayages croisés (standard) et unidirectionnels ; les courbes de tendance linéaire et leurs coefficients de détermination sont également reportés

Dans le cas d'un balayage unidirectionnel, l'observation de la Figure 129 permet également de détecter une différence dans la nature des composantes de texture selon la valeur des paramètres du laser. En effet, on peut voir que le cube 9, qui est fait avec les paramètres standard (densité d'énergie relative égale à 1), présente principalement une composante unique de texture appelée 'GOSS' (cf.

Chap. III). Par contre, tous les cubes faits hors conditions standards (8, 10, 13 et 14 ; densités d'énergie relatives différentes de 1), semblent présenter plutôt une texture mixte de composantes 'Cube + GOSS'. Cette observation pourrait expliquer en partie que l'indice de texture ne suffit pas à détecter une corrélation entre densité d'énergie relative et anisotropie. Elle mériterait d'être confirmée sur d'autres échantillons ou par des analyses EBSD statistiquement plus poussées.

Concernant le balayage croisé, la trop faible intensité des textures ne permet pas de détecter un changement de nature avec la puissance et/ou la vitesse du laser. De même, dans la gamme des puissances et vitesses testées, nous n'avons pas mis en évidence de différences marquées entre les microstructures obtenues. Ceci est illustré dans les Figure 131 et Figure 132 qui regroupent des cartographies EBSD collectées pour différentes puissances et vitesses. Globalement, on note bien que toutes les orientations cristallines sont relativement bien représentées sur la surface couverte par une cartographie, ce qui ne sera pas toujours le cas pour les microstructures des balayages unidirectionnels discutées plus loin. Ceci garantit une bonne représentativité des surfaces analysées. Sur les coupes XY, la structure en carreaux typique de cette stratégie n'est pas toujours clairement visible (ex. XY cube 1 ou XY cube 7). Dans certains cas, le quadrillage observé n'est pas vraiment carré (ex. XY cube 2). Ces écarts sont attribués au fait que les plans de coupe/observation n'étaient sans doute pas toujours strictement parallèles aux plans de lasage. Sur les coupes, les grains allongés parallèlement à la direction Z et d'orientation $\langle 100 \rangle // Z$ discutés au Chap. III, ne sont également pas toujours facilement détectables. Globalement cependant, les microstructures (formes et tailles de grains) restent similaires. Notamment, dans le cas des balayages à vitesse lente (cube 6), la présence d'un taux de porosités plus élevé (cf. §.IV.1) ne semble pas être associée à une modification notable de la microstructure de solidification. On visualise, par contre, sur les cartographies XY et YZ de ce cube une proportion plus importante des orientations $\langle 100 \rangle // Z$ (teinte rouge), également détectable sur les figures de pôles de la Figure 128, et associée à un indice de texture légèrement plus élevé (Figure 130).

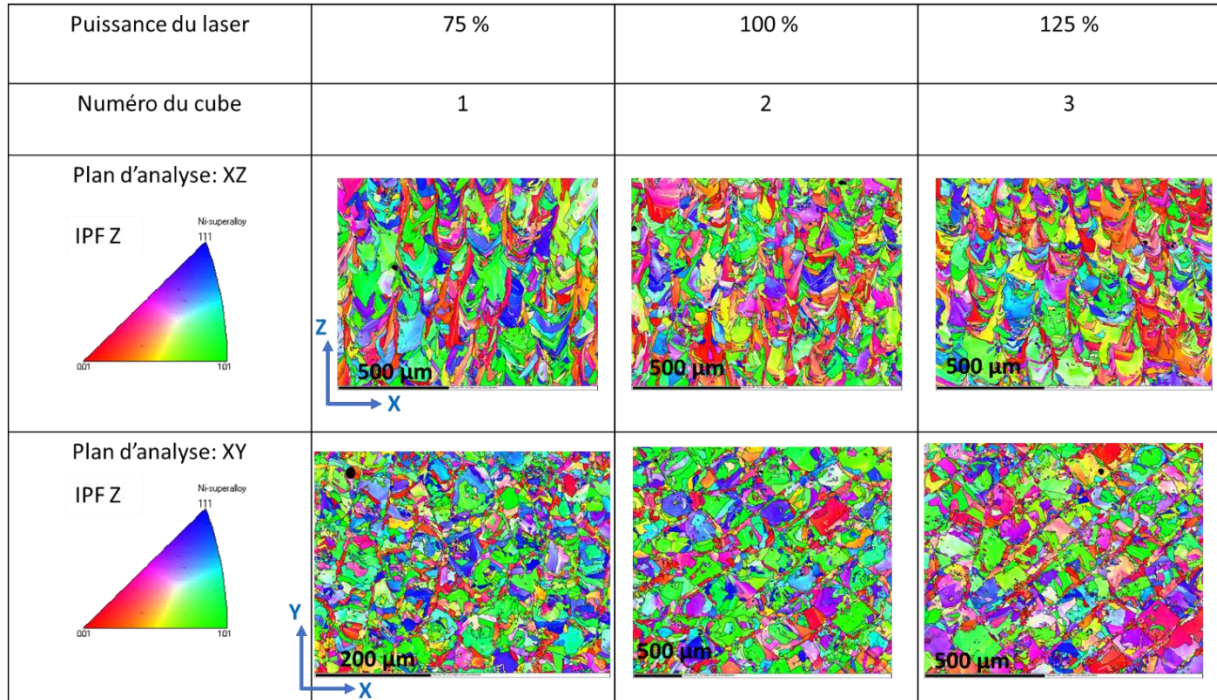


Figure 131 : Cartographies EBSD des cubes 1,2 et 3, tous faits en balayage croisé focalisé, avec les mêmes valeurs de vitesse mais des puissances différentes

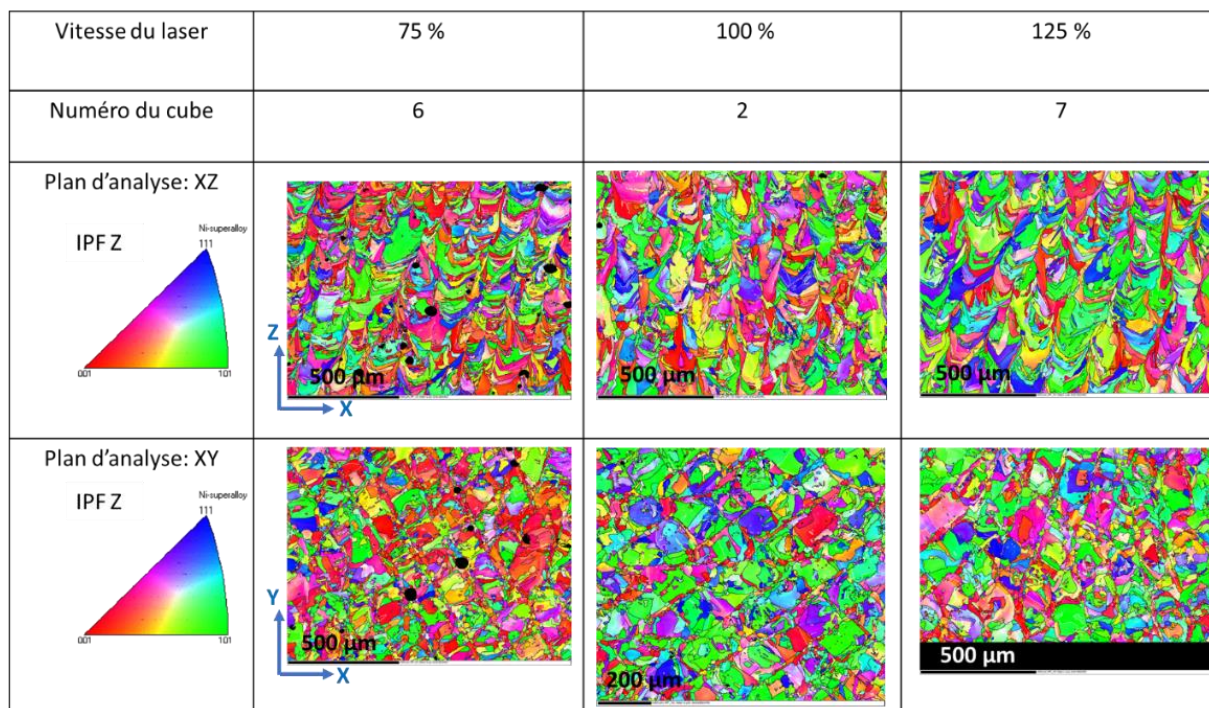


Figure 132 : Cartographies EBSD des cubes 6, 2 et 7 tous faits en balayage croisé focalisé, avec les mêmes valeurs de puissance mais des vitesses différentes

Globalement, nous observons donc un effet très faible des variations de puissance et de vitesse testées dans cette étude. Ces résultats sont en apparence en opposition avec des travaux antérieurs. Par exemple, Choo et al. [65] ont montré que, en diminuant la puissance du laser, l'orientation majoritaire passe d'une texture $\langle 100 \rangle // Z$ marquée à une texture aléatoire. De même, Wang et al. [87] ont montré que l'utilisation d'un faisceau laser à ultra-haute puissance conduit également à une texture $\langle 100 \rangle // Z$ très forte. Le même type de résultat a été trouvé pour d'autres procédés de fabrication additive métallique et d'autres types de matériaux : par exemple, dans le cas du procédé Direct Laser Fabrication (DLF), Parimi et al. [143] ont montré que la puissance laser élevée génère une structure de grain colonnaire, avec une forte texture de fibre $\langle 001 \rangle$ le long de la direction de construction. Par contre, ces mêmes auteurs ont montré aussi qu'un ensemble de grains fins uniformes et presque équiaxes se forme suite à des constructions à faible puissance, avec une texture presque aléatoire. Ce résultat a été aussi trouvé dans le cas du procédé de fusion par faisceau d'électrons (EBM) où Dehoff et al. [73] ont montré qu'en utilisant un faisceau d'électrons de puissance plus importante, on peut produire des grains colonnaires ayant des orientations cristallographiques préférentielles de $\langle 100 \rangle$ parallèlement à la direction de construction. Une puissance plus faible de ce faisceau produit par contre des grains présentant des textures mixtes voire aléatoires, proches de celles que nous observons. On peut donc conclure que la densité d'énergie maximale imposée dans notre étude (puissance élevée ou vitesse faible), n'était pas suffisamment élevée pour induire une anisotropie cristalline forte. On peut penser que de très fortes densités conduisent à des refusions plus profondes et donc à une sélection plus efficace des orientations $\langle 100 \rangle$ parallèles à la direction de fabrication (cf. discussion du Chap. III).

IV.3.2. Défocalisation et modification de texture

La Figure 127 montre que la focalisation est le paramètre de réglage du laser qui semble avoir le plus d'influence sur l'indice de texture. Cette constatation est claire pour le balayage croisé, mais moins dans le cas du balayage unidirectionnel. Contrairement aux porosités, il apparaît donc qu'une défocalisation du faisceau est plutôt défavorable puisqu'elle induit un plus fort indice de texture, c'est-à-dire une plus forte anisotropie. Cette anisotropie plus forte est également visible sur les figures de pôle de la Figure 128 qui montrent une importante composante 'GOSS'.

Les cartographies EBSD rassemblées Figure 133 montrent que la microstructure est également fortement impactée par la défocalisation. En effet les grains apparaissent plus grossiers et globalement plutôt allongés dans la direction de fabrication, avec des composantes $\langle 100 \rangle // Z$ et $\langle 110 \rangle // Z$ plus marquées. Sans rentrer dans la description des structures de balayage unidirectionnel qui seront discutées au paragraphe suivant, on peut noter que les mêmes tendances s’y retrouvent (cf. Figure 134) et donc quelles expliquent -au moins en partie (cf. Chap. III)- les observations de la Figure 133. Le fait que cela ne se traduise pas par une évolution claire des indices de texture sur la Figure 127.C peut être de nouveau attribué à une plus grande dispersion des mesures.

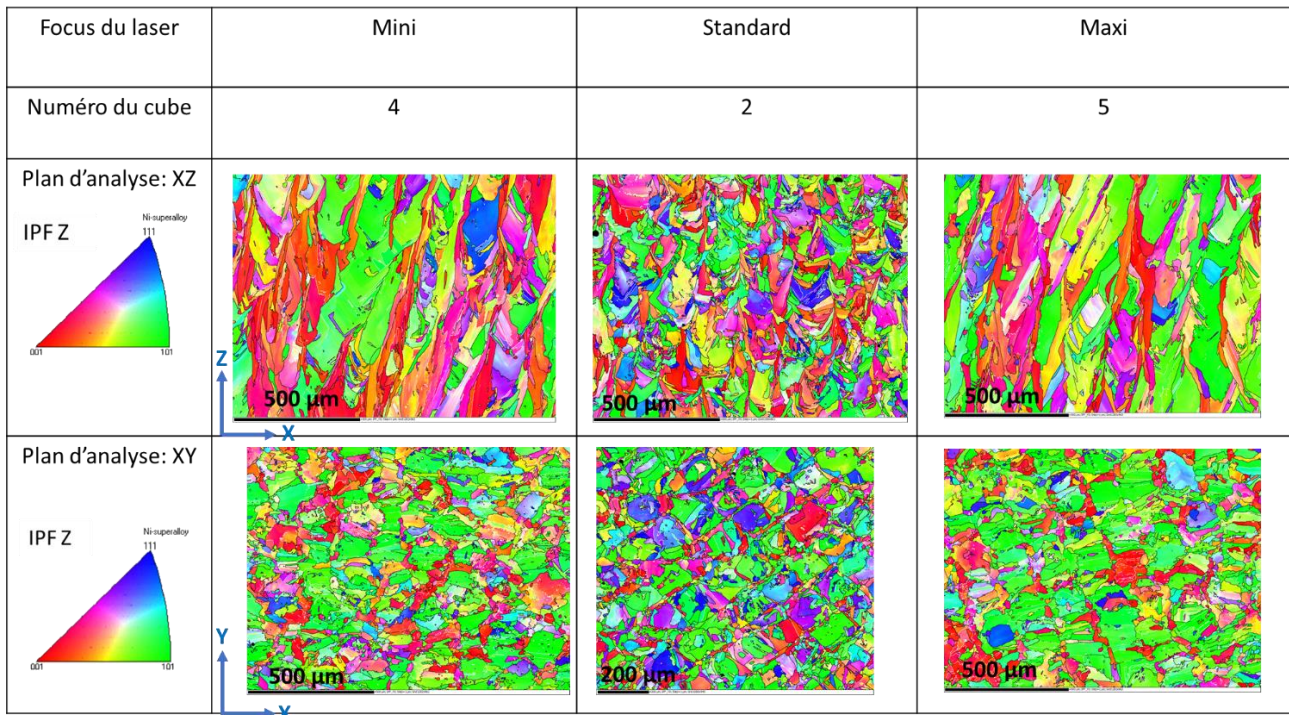


Figure 133 : Cartographies EBSD des cubes 4,2 et 5 dans deux plans d'observations : XZ et XY

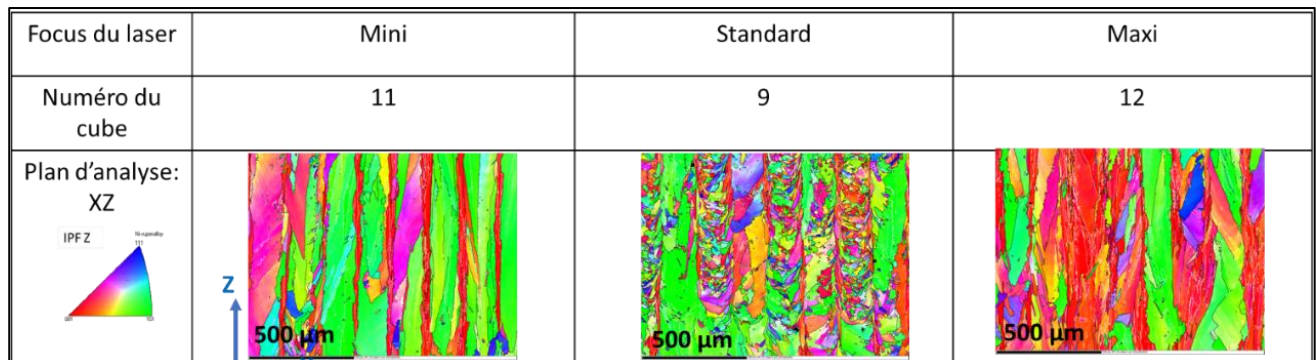


Figure 134 : Cartographies EBSD de plans XZ des cubes 11,9 et 12, faits en balayage unidirectionnel, avec des valeurs de puissance et de vitesse standard (100 %), mais des plans de focalisation différents

En comparaison des travaux sur la puissance du laser et la vitesse de balayage, on trouve beaucoup moins d'études dans la littérature sur l'influence du focus sur l'anisotropie finale. La taille du spot laser impactant la surface varie selon le plan de focalisation, et cette taille est parfois intégrée dans le calcul de la densité d'énergie [144]. Cependant ; une défocalisation modifie également la distribution de cette énergie le long du diamètre du spot. Ainsi, Wang et al. [87] ont testé trois lasers avec des distributions d'énergie différentes et ont trouvé que la forme du spot ainsi que sa distribution d'énergie jouent effectivement un rôle très important, pas seulement sur la nature de la microstructure et la croissance des grains, mais aussi sur la texture cristalline. McLouth et al. [25] ont observé que des échantillons construits en focalisant le laser au niveau du plan en construction ont une

microstructure plus fine et plus équiaxe que les échantillons construits avec une focalisation hors-plan, comme illustré sur la Figure 135 tirée de leurs travaux. Dans le second cas, ils notent aussi des textures cristallographique et morphologique plus fortes. Nos résultats sont en accord avec ces observations. Par contre, McLouth et al. avancent que la microstructure focalisée est plus fine en raison d'une densité de puissance plus élevée associée à d'une taille de point plus petite. Ce constat est a priori en opposition avec les conclusions du paragraphe précédent où une augmentation de la texture serait plutôt associée à une augmentation de la densité de puissance. Comme il a été discuté au §.4.2.3 (illustré aussi Figure 125), la défocalisation doit aussi se traduire par une forme de bain différente, ce qui est d'ailleurs clairement visible sur les micrographies de la Figure 135. Conformément au modèle proposé au Chap. III, une forme de bain plus aplatie devrait effectivement privilégier le développement de grains dont la direction de croissance $\langle 100 \rangle$ se rapproche de la verticale, c'est-à-dire de la direction de construction.

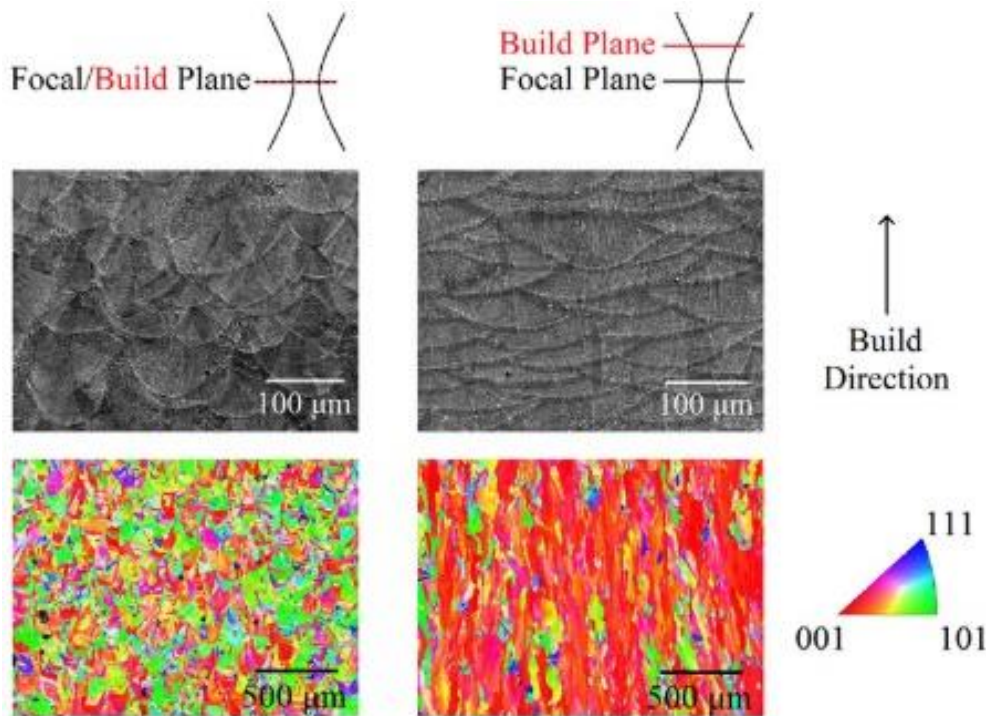


Figure 135 tirée de [25]: Micrographies et cartographies EBSD (IPF Z) de deux microstructures obtenues avec deux focalisations différentes.

IV.3.3. Microstructures et microtextures spécifiques aux balayages unidirectionnels

Cette dernière partie est consacrée à une discussion sur la nature des microstructures issues d'un balayage unidirectionnel. L'observation des cartographies EBSD comme celles de la Figure 136 (pour différentes vitesses) et de la Figure 137 (pour différentes puissances), montre des changements de texture marqués au sein d'une même cartographie. Le plus souvent, il s'agit de variations sur plusieurs centaines de micromètres, entre des régions présentant une composante $\langle 110 \rangle // Z$ marquée et des régions moins texturées (ex. cube 10 plan XY) ou une texture de type $\langle 100 \rangle // Z$ (ex. cube 9 plan XZ ou cube 14 plan XZ). De telles variations ont également été détectées dans le cas d'observations dans des plans DL-Z comme illustré sur la Figure 138. Nous pensons que l'existence de ces larges zones de textures variables pourraient être à l'origine de la forte dispersion des indices de textures que nous avons notée plus haut dans le cas du balayage unidirectionnel. En effet, dans la mesure où cet indice est calculé sur un jeu de données issu de 2 ou 3 cartographies -même larges- il est probable que la valeur obtenue soit plus sensible à la localisation des analyses que dans le cas du balayage croisé pour lesquelles les cartographies sont beaucoup plus homogènes. Pour la même raison, l'observation de textures de type (cube+GOSS) faite plus haut ne traduit sans doute pas une croissance compétitive de grains présentant les deux types d'orientations dans un même cordon, mais

plutôt l'existence de régions où la majorité des grains ont une orientation $\langle 100 \rangle$ parallèle à la direction de construction (teinte rouge) et d'autres où la direction $\langle 110 \rangle$ prédomine (teinte verte).

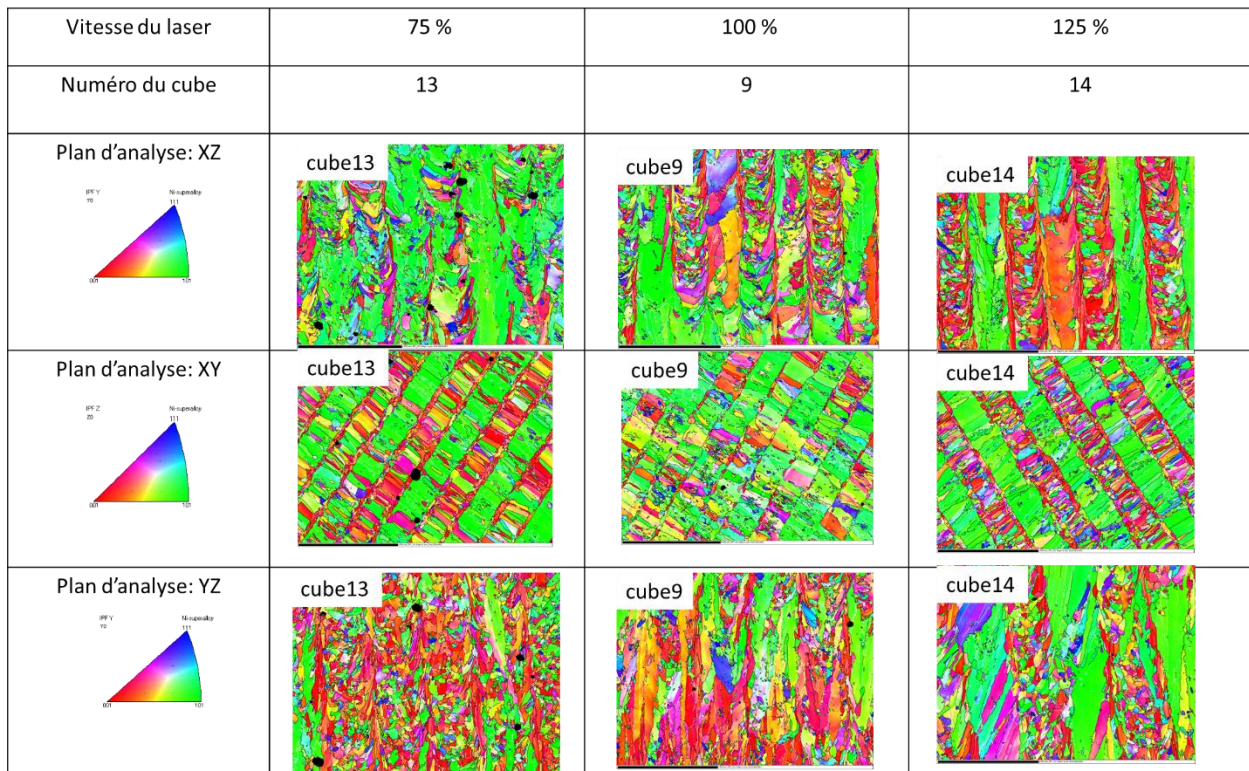


Figure 136 : Cartes EBSD, dans les plans XY, XZ et YZ, des cubes 13, 9 et 14 élaborés par un balayage unidirectionnel et avec trois différentes vitesses de balayage du laser

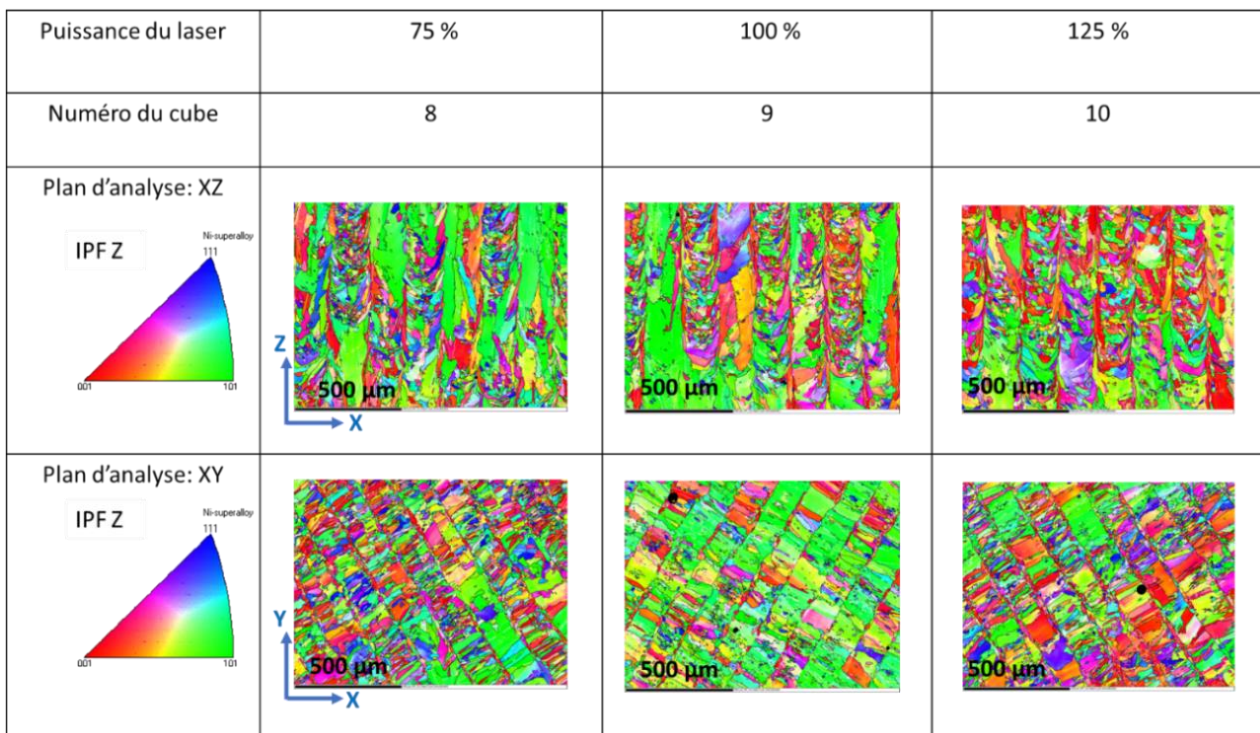


Figure 137 : Cartes EBSD, dans les plans XZ et XY, des cubes 8, 9 et 10 élaborés par un balayage unidirectionnel et avec trois différentes puissances du laser

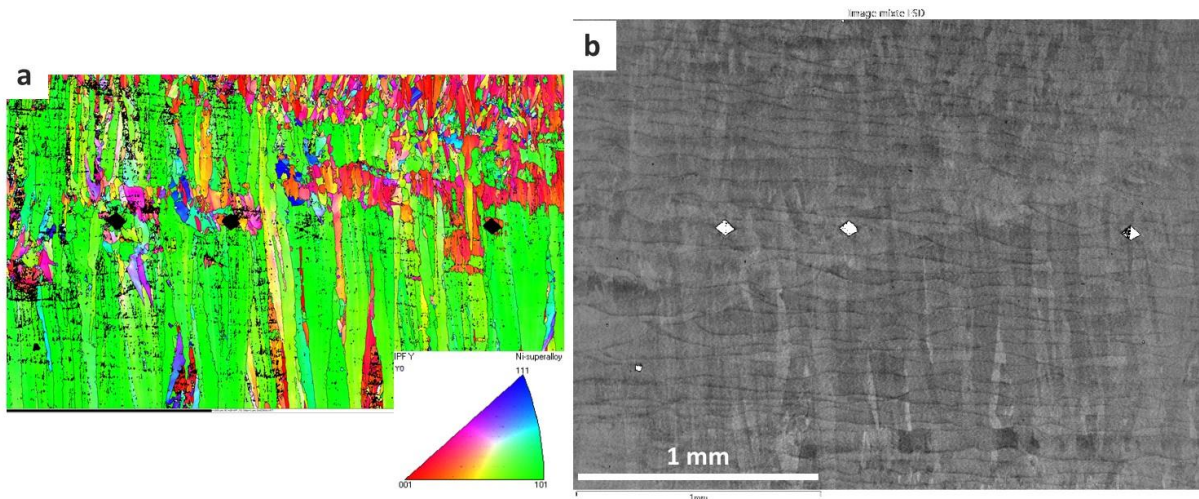


Figure 138 : Cartographie EBSD (a) et micrographie optique de la même zone (b) dans le cas du gros cube 9 observé selon une section parallèle aux cordons de fusion (plan DL-Z) ; deux zones de textures différentes sont clairement visibles

Dans les sections XY, ces variations de texture s'expriment parfois -mais pas systématiquement- par des bandes alternées présentant soit une forte texture $\langle 110 \rangle // Z$, soit une texture plus aléatoire, avec possiblement une composante $\langle 100 \rangle // Z$ plus marquée. C'est particulièrement le cas pour les cubes 13 et 14 visibles dans la Figure 136. Pour le cube 14, nous avons pu réaliser une séparation manuelle, des 3 différentes populations de grains, sur des critères de morphologie et d'orientation. On peut ainsi distinguer :

- env. 46% de grains grossiers, traversant toute la largeur d'une bande, et dont la texture est très majoritairement de type GOSS, avec une direction $\langle 100 \rangle$ dans la direction de lasage (DL) et une direction $\langle 110 \rangle$ dans la direction de construction (Z) ;
- env. 33% de grains également transverses au cordon de lasage mais beaucoup plus fins, et présentant plutôt une texture de fibre avec $\langle 100 \rangle$ perpendiculaire au cordon ($//DT$) ;
- le reste (env. 21%) constitué de petits grains équiaxes ou allongés dans la direction de lasage, et présentant plutôt une texture Cube ($\langle 100 \rangle //$ à DL, DS et Z).

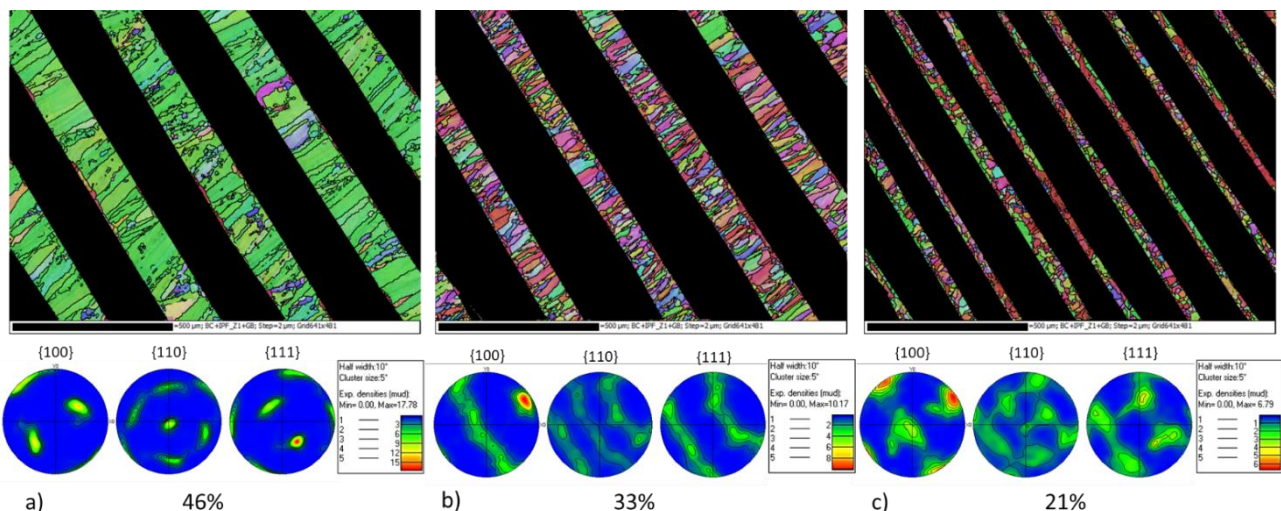


Figure 139 : Figures de pôles relatives aux trois différentes populations de grains identifiées sur une cartographie EBSD dans le plan XY du cube 14

Cette alternance entre populations de grains différents est bien sûr clairement associée aux passages successifs du faisceau laser sur le plan de construction. La périodicité des bandes correspond bien à la distance entre cordons de fusion mesurée sur des micrographies optiques. Il est cependant difficile d'analyser l'origine des orientations cristallines différentes d'un passage à l'autre. Même si

l'information ne nous a pas été donnée par le fournisseur, il est probable que le faisceau laser balaie la surface par des allers/retours successifs, c'est-à-dire que deux cordons adjacents correspondent à des sens de déplacement du faisceau opposés. Au vu des fractions occupées par les trois populations de grains, on peut penser que les grains a) correspondent à un sens et les grains b) et c) à l'autre. Nous mettons donc en évidence ici des modes et des textures de re-solidification du cordon de lasage complètement différents selon le sens de déplacement du faisceau. Ceci n'a -à notre connaissance- n'a pas été signalé dans la littérature, alors que la plupart des stratégies de construction utilisent des balayages aller/retour.

Le sens de déplacement du faisceau sur la surface détermine en partie la thermique locale, mais il est difficile d'imaginer que celle-ci puisse autant influencer le processus de re-solidification. Si tel était le cas, les textures devraient également différer selon la distance au point d'inversion du sens de déplacement du faisceau, c'est-à-dire selon le temps mis par le faisceau pour revenir en un point donné. Ceci devrait conduire à des différences notables entre le cœur et la surface d'une pièce, ce qui n'est généralement pas observé. Nous avons également pensé à une inclinaison forte du faisceau laser par rapport à la surface de la pièce qui pourrait conduire à de formes de bain différentes suivant le sens de balayage, mais le positionnement de nos cubes sur le plateau ne permet pas de supporter cette hypothèse.

Une autre explication pourrait être recherchée dans une publication récente d'Andreau et al. [56]. Cette équipe a caractérisé les textures de cubes en acier inoxydable de dimensions proches des nôtres et fabriqués également en balayage unidirectionnel SLM par Polyshape. Les auteurs se sont plus particulièrement intéressés à l'effet de la direction de soufflage du gaz inertant (argon) par rapport à la direction de balayage. Leur résultat le plus spectaculaire est résumé dans la Figure 34 montrée au Chap. I. On voit que la texture γ varie fortement suivant que le balayage de gaz de protection se fait parallèlement (a) ou perpendiculairement (b) au sens de lasage, passant d'une texture de type GOSS fortement marquée à une texture plus aléatoire. Comme discuté au Chap. I, les auteurs attribuent cet effet à une interaction entre le flux de gaz neutre et le panache de plasma généré par le laser ('plasma plume'), qui modifierait la thermique locale et donc la forme des bains. Cependant, alors que le balayage utilisé Andreau et al. procédait également par allers-retours, ces auteurs ne relèvent pas de dépendance vis-à-vis du sens de déplacement du faisceau, seulement de l'angle entre la direction principale de lasage et la direction de soufflage. Certaines cartographies qu'ils présentent -sans commentaires- dans le cas du balayage de type b) suggèrent néanmoins un effet similaire au nôtre (cf. Figure 140). Si l'interaction entre plasma/laser et flux gazeux est avérée, on peut imaginer qu'elle puisse également conduire à des thermiques différentes selon le sens de déplacement du laser.

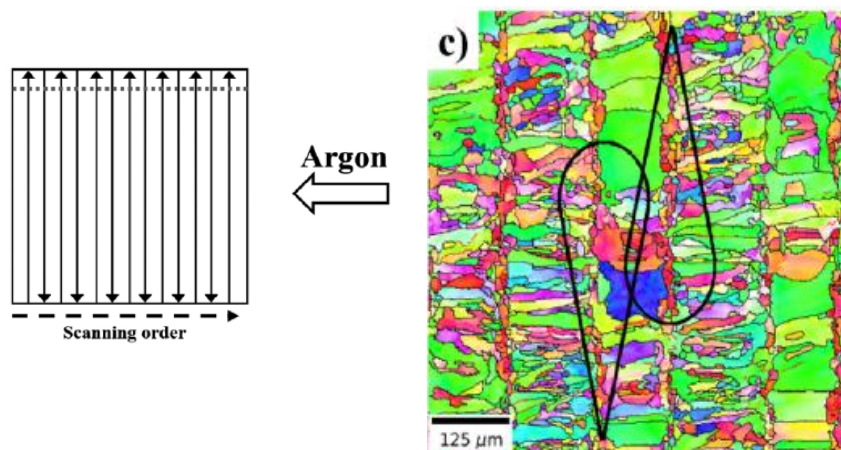


Figure 140 : montage d'après d'Andreau et al. [56] ; Illustration d'un effet d'alternance de bandes dans le cas d'un acier inox 716L déposé par SLM avec lasage en allers-retours perpendiculaires au jet de gaz inertant

A ce stade, il est difficile d'aller plus loin dans l'analyse de ces textures très spécifiques. D'une part

nous n'avons pas connaissance des conditions de soufflage utilisées pour la fabrication de nos échantillons. D'autre part les différentes explications des textures tentées dans ce mémoire et dans la littérature en général se heurtent à notre méconnaissance de la forme précise et de la dynamique (évolution à la solidification) du cordon de lasage, dont le déplacement des contours sous gradient thermique détermine directement les directions de croissance des grains. Des modèles commencent à apparaître, comme ceux de Pauza et al. [124] ou Liu et To [125] discutés au Chap. III. Ils sont cependant encore loin d'intégrer des effets aussi élémentaires que l'agitation du bain liquide et le déplacement du front de solidification, ou aussi subtils que l'interaction entre plasma laser et flux de gaz inertant.

IV.4. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'influence des principaux paramètres de lasage sur quelques propriétés de la microstructure et sur la texture des cubes. Ces paramètres étaient la puissance, la vitesse, le focus et la stratégie du laser. Pour en résumer l'effet, on peut dire globalement que -dans la gamme de conditions opératoires testées dans notre thèse- la vitesse du laser était le paramètre numéro un qui a influencé le taux de porosités, via une transition entre régime de conduction et régime en Keyhole pour les vitesses les plus faibles. Pour ce qui est de la texture cristalline, la stratégie de balayage est le paramètre le plus influent, avec un effet également de la focalisation du laser.

Nos observations montrent en tout cas que les textures de solidification peuvent être très sensibles à un grand nombre de paramètres de fabrication, ce qui explique a posteriori la grande disparité des observations disponibles dans la littérature. Par ordre d'importance décroissante, on peut citer en premier le type de procédé utilisé (une fabrication par projection de poudre met en jeu des densités d'énergie très différentes que par SLM ou EBM), puis la stratégie de balayage, les paramètres du laser (densité de puissance et focalisation), enfin -on vient de le voir- des paramètres plus subtils comme la direction de soufflage de gaz inertant, le sens de balayage, les caractéristiques de la poudre utilisée, et sans doute la géométrie ou les dimensions de la pièce. Pour être capable de prédire les textures obtenues à l'issue d'un processus aussi complexe, il faudrait en priorité être capable de modéliser la forme du bain de fusion et le déplacement des fronts successifs de re-solidification en fonction des différents paramètres du procédé.

Chapitre V : Evaluation de l'anisotropie par ondes ultrasonores

La vitesse de propagation (ou célérité) d'une onde ultrasonore (US) dépend des caractéristiques mécaniques du milieu dans lequel elle se propage. Dans notre étude, nous avons employé des ultrasons de diagnostic qui, de par leur faible énergie, n'altèrent pas les propriétés du milieu dans lequel ils se propagent. Généralement, ces ondes sont utilisées à des fins d'imagerie pour localiser des défauts dans les pièces, comme des porosités ou des fissures, soit en fin de ligne de production pour s'assurer de la qualité des pièces, soit en cours de service afin de contrôler l'évolution de la santé des composants industriels, comme pour le cas de l'industrie nucléaire [145–147]. Des études visent même à trouver un moyen de contrôle non destructif (CND) in situ par ondes ultrasonores (générées par laser) lors de la fabrication de pièces en fabrication additive et en particulier pendant le SLM [148].

Les outils les plus courants de CND interprètent les signaux US en faisant l'hypothèse que le milieu dans lequel elles se propagent est élastiquement isotrope. Comme il a été dit en début de mémoire, une des questions initialement posées en début de thèse était de savoir si l'anisotropie introduite par le procédé de fabrication additive était compatible avec cette hypothèse. Nos premiers résultats, reportés au Chap. III, ont montré que l'anisotropie cristalline -et donc élastique- obtenue dans des conditions industrielles de fabrication étaient finalement assez faible, contrairement à ce qui était annoncé dans plusieurs publications alors disponible. En conséquence, il n'était pas nécessaire de revoir les outils d'analyse des signaux US. Notre étude s'est donc orientée vers l'évaluation fine des différences de célérité des ondes ultrasonores et vers la comparaison des résultats obtenus avec les prévisions obtenues à partir de la connaissance des textures cristallines.

Des ondes ultrasonores longitudinales et transverses ont été utilisées pour quantifier l'anisotropie élastique des matériaux. Par la suite, on fera l'hypothèse que le milieu étudié est homogène à l'échelle des longueurs d'ondes étudiées qui sont de l'ordre du demi-millimètre. L'échelle caractéristique de notre microstructure étant de l'ordre de grandeur de la dizaine de microns pour les porosités et la taille de grain, leur influence sur le signal devrait être faible.

Dans ce chapitre, après une description de la méthodologie employée afin d'estimer l'anisotropie élastique de nos composants, nous présentons dans un premier temps les résultats de mesures de vitesses des ondes ultrasonores obtenus pour l'échantillon parallélépipédique. Puis, à partir de l'ensemble de ces mesures, nous quantifierons l'anisotropie déterminée par mesures ultrasonores pour ensuite la comparer à ce que l'on peut prédire à partir des données des textures cristallines.

L'échantillon retenu pour cette étude est le parallélépipède 2 de dimensions $60 \times 60 \times 10$ mm, similaire à celui qui a été découpé et analysé au chapitre III (parallélépipède 1).

Dans un premier temps, nous présenterons les résultats des mesures de vitesses et mettons en évidence que les ondes transverses sont beaucoup plus sensibles à l'anisotropie que les ondes longitudinales. C'est en observant les variations de vitesses de propagation des ondes ultrasonores transverses rapides et lentes, selon des directions de polarisations variables dans le plan de propagation, que nous parviendrons à obtenir une première quantification du degré d'anisotropie.

Dans un second temps, nous relierons les mesures de vitesses aux mesures de texture cristallines discutées dans les chapitres précédents. Pour cela, plusieurs méthodes seront utilisées, comme des hypothèses simplificatrices sur la symétrie du tenseur de rigidité afin de permettre une résolution analytique des équations de Christoffel ou l'utilisation de schéma d'homogénéisation élastique tels que les modèles de Hill, Voigt ou Reuss.

Les résultats obtenus par les deux approches seront enfin discutés en termes de pertinence des hypothèses sous-jacentes. La démarche suivie peut se résumer sous la forme du diagramme de la

Figure 141.

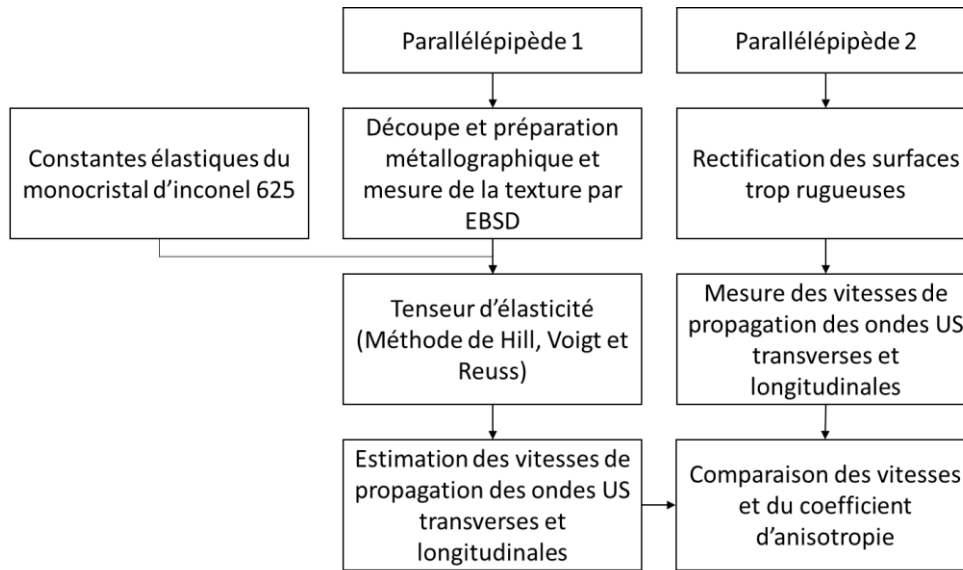


Figure 141 : Diagramme illustrant la démarche suivie afin de comparer les approches proposées pour quantifier l'anisotropie du matériau

V.1. Mesure des vitesses de propagation des ondes ultrasonores

Les détails expérimentaux des mesures de propagation des ondes ultrasonores sont présentés dans le Chapitre II. Une attention particulière a été accordée aux mesures des vitesses des ondes transverses qui sont plus sensibles à l'anisotropie élastique. Les deux premières sections présentent les résultats des A-scans et des B-scans. Dans la dernière section, les résultats sont interprétés en termes de tenseur de rigidité.

V.1.1. Résultats des A-scans

Dans cette première section, nous comparons directement les différences de mesures observées dans les 3 directions X, Y et Z pour quantifier l'anisotropie. Le Tableau 9 regroupe ainsi toutes les valeurs des vitesses de propagation des ondes ultrasonores longitudinales et transverses estimées à partir des A-scans, ainsi que leurs incertitudes.

Tableau 9 : Vitesses des ondes ultrasonores longitudinales et transverses mesurées expérimentalement

Direction de propagation	Ondes longitudinales		Ondes transverses		
	Vitesses [m/s]	Incertitude [%]	Directions de polarisation	Vitesses [m/s]	Incertitude [%]
X	5910	4,74	Y	2783	2.9
			Z	3054	2.7
Y	5908	0,78	X	2762	0,42
			Z	3054	0,45
Z	5811	0,77	X	2995	0,45
			Y	3028	0,45

Les ondes longitudinales sont légèrement plus lentes selon la direction Z que selon les directions X et Y où leur comportement est identique à l'incertitude près, et ce malgré la forte différence d'épaisseur en X et Y. Toutefois, en se basant sur l'observation seule de ces faibles écarts, il est difficile de supposer que le milieu est anisotrope.

En revanche, les mesures de célérité des ondes transverses selon des directions X et Y ont souligné une anisotropie significative des vitesses entre les directions Z et \perp Z (X ou Y). Les ondes transverses polarisées selon Z ont une vitesse significativement plus élevée que celles polarisées le long de la direction X ou Y. L'incertitude plus élevée selon la direction de propagation X est due à la dimension plus petite dans cette direction, 10 mm, contre 60 mm selon Y et Z. Malgré la différence d'épaisseur, les directions X et Y sont comparables du point de vue des vitesses de propagation des ondes.

Pour quantifier l'anisotropie observée, nous proposons de définir deux facteurs d'anisotropie apparents, notés α_i^L et α_i^T , et déterminés à partir des mesures des vitesses des ondes longitudinales et transverses respectivement :

$$\alpha_i^L = \left(\frac{|V_{jj} - V_{kk}|}{\text{moy}(V_{jj}; V_{kk})} \right) \times 100$$

$$\alpha_i^T = \left(\frac{|V_{ij} - V_{ik}|}{\text{moy}(V_{ij}; V_{ik})} \right) \times 100$$

Équation 6 : Facteurs d'anisotropie apparents longitudinal et transverse

Avec ($i \neq j \neq k$) et V_{ij} désigne la vitesse de propagation mesurée dans la direction i et polarisée dans la direction j . Avec cette convention V_{ii} , correspond à la vitesse d'une onde polarisée dans sa direction de propagation, c'est-à-dire à une onde quasi-longitudinale et V_{ij} et V_{ik} sont les vitesses des ondes quasi-transverses décomposées dans les deux autres directions. Ce facteur d'anisotropie a été mesuré dans les trois directions du parallélépipède et est reporté dans le Tableau 10 :

Tableau 10 : Facteurs d'anisotropie calculés pour chacune des trois directions de propagation des ondes transverses, et incertitudes sur ces estimations

Facteur d'anisotropie [%]	Incertitude relative [%]	Incertitude absolue sur α [%]
$\alpha_X^L = 1,66$	3	$\pm 0,05$
$\alpha_Y^L = 1,69$	11	$\pm 0,19$
$\alpha_Z^L = 0,03$	11	$\pm 0,004$
$\alpha_X^T = 9,30$	11	± 1
$\alpha_Y^T = 10,0$	1,7	$\pm 0,2$
$\alpha_Z^T = 1,10$	1,9	$\pm 0,02$

Cette étude montre que les ondes ultrasonores longitudinales sont peu sensibles à l'anisotropie élastique, surtout s'il s'agit d'une faible anisotropie. Ici la différence de vitesse maximale relevée n'est que de 1,7% (cf. Tableau 9) pour une précision de mesure allant de 3 à 11% selon les dimensions).

Par contre, dans le cas des ondes transverses dont les directions de propagation et de polarisation sont différentes, l'anisotropie élastique est plus facilement identifiable en détectant la coexistence de deux modes transverses se propageant avec des vitesses différentes. Bien que les axes d'échantillonnage X et Y soient équivalents vis-à-vis du procédé (XY est le plan de lasage), la valeur de α_Z est très faible mais non nulle, ce qui pourrait être dû à la fois à des erreurs expérimentales (alignement) ou à la différence de géométrie selon X et Y. Les facteurs d'anisotropie pour des propagations selon une direction contenue dans le plan de construction XY sont par contre élevés, de 9,3 selon X et 10% selon Y. Compte-tenu de l'incertitude plus forte selon X, on peut retenir que -dans le parallélépipède fabriqué par SLM- la différence de célérité entre ondes transverses rapides et lentes est d'environ 10%.

En imposant une direction de propagation des ondes transverses selon l'axe X, à l'aide du capteur contact transverse posé sur une des faces de normales X, nous allons exciter potentiellement deux modes transverses dans le plan YZ. Cependant, si quel que soit l'axe de polarisation du capteur une seule onde est perçue, c'est que nous sommes dans un plan d'isotropie. Ainsi, de façon remarquable, les A-scans en ondes transverses polarisées dans les axes du procédé avec un axe de propagation selon Z n'ont présenté, aux incertitudes de mesures près, qu'un seul front d'onde et donc une seule vitesse a été mesurée. Par contre, pour les deux autres axes de propagation, l'existence de deux vitesses différentes est observée où la vitesse de l'onde transverse rapide correspond à une polarisation selon Z. L'étude des B-scans permet de mieux comprendre ce phénomène.

V.1.2. Résultats des B-scans

Un B-scan en rotation a été acquis pour les ondes transverses se propageant suivant la direction X (

Figure 142). Il permet de bien mettre en évidence l'existence de ces deux modes transverses : un mode lent et un mode rapide. En tournant l'échantillon autour de l'axe du capteur, la direction de polarisation d'excitation varie relativement au référentiel matériau associé à l'échantillon. Dans cet exemple, les ondes transverses lentes sont détectées majoritairement avec une polarisation perpendiculaire à Z (c'est-à-dire l'axe Y) et les ondes transverses rapides avec une polarisation parallèle à Z.

Pour une polarisation hors de ces axes de symétries, nous observons la coexistence de ces deux modes qui se traduit dans le A-scan par la présence de deux pics rapprochés mais de moindres amplitudes. Les deux types de configurations utilisées, par transmission et par pulse écho (voir chapitre II), donnent des résultats similaires. Ce dispositif de mesure est très sensible à l'anisotropie, mais nécessite un montage particulier plus complexe à mettre en œuvre.

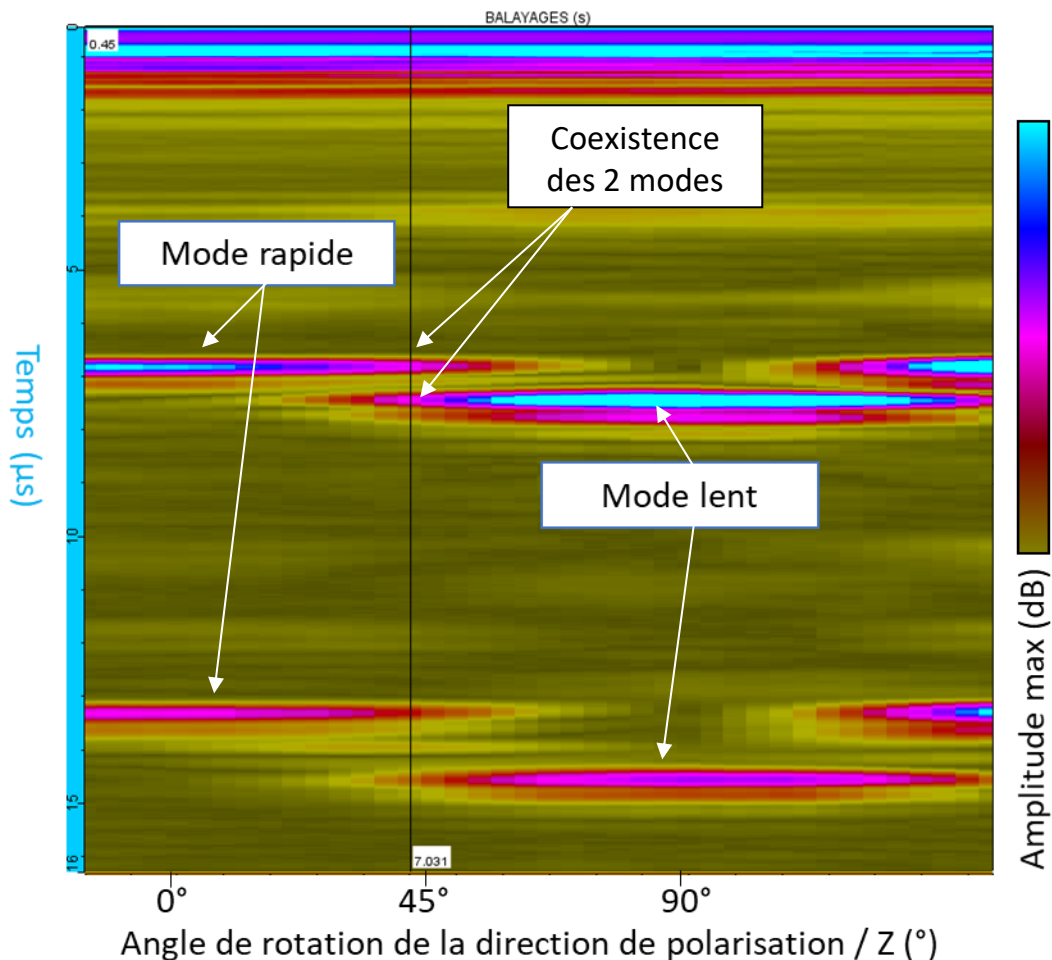


Figure 142 : B-scan selon X montrant les deux modes sur une surface de balayage en fonction de l'angle de rotation associé à l'axe de polarisation par rapport à Z

Les trois signaux relatifs aux ondes rapides, aux ondes lentes ainsi qu'à la coexistence des modes sont rassemblés tous dans la Figure 143, ce qui permet de voir clairement la relation entre les directions de polarisation et l'apparition de chaque mode rapide ou lent, ainsi que la coexistence des deux modes à 45°. Dans un plan d'isotropie, les vitesses des deux ondes étant identiques, on ne peut les distinguer. En revanche, en présence d'un milieu anisotrope, des fronts d'onde associés aux modes transverses lent et rapide peuvent être détectés avec une amplitude approximativement proportionnelle au produit scalaire entre l'axe d'excitation et les polarisations de chaque mode. Dans un plan d'isotropie, les vitesses des deux ondes étant identiques, on ne peut les distinguer. En revanche, en présence d'un milieu anisotrope, des fronts d'onde associés aux modes transverses lent et rapide peuvent être détectés. La présence d'un seul train d'onde mais pour une direction de polarisation particulière laisse supposer que cette polarisation est colinéaire à un des vecteurs propres du tenseur de Christoffel, comme c'est le cas ici dans les directions Y et Z.

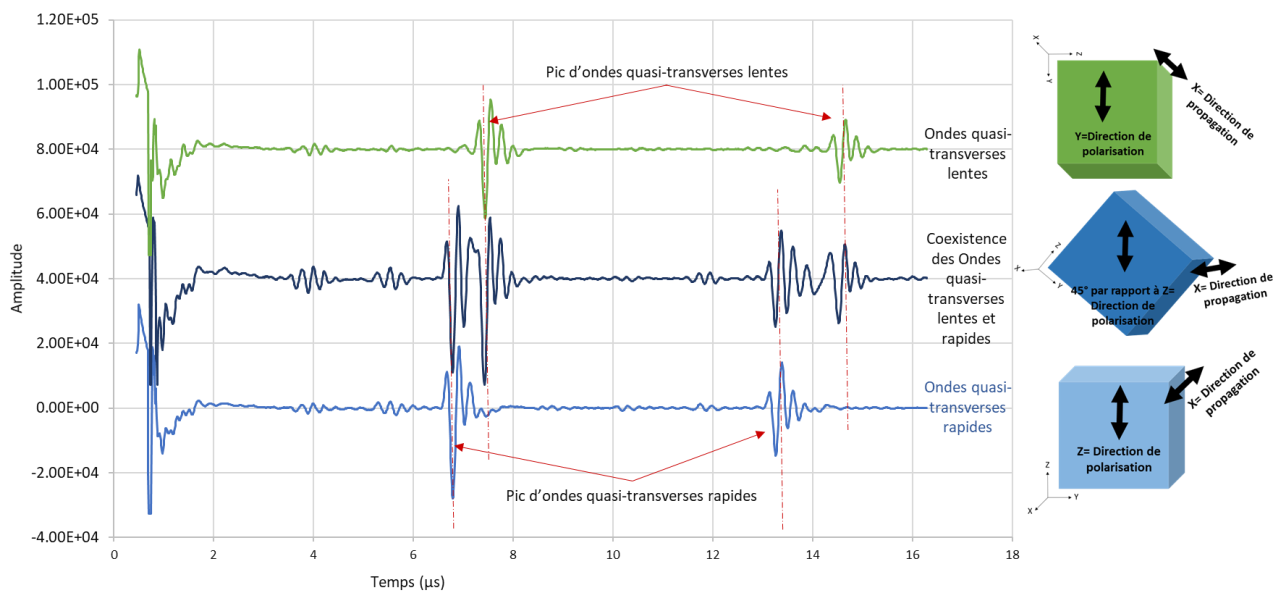


Figure 143 : Signaux d'acquisition obtenus pour des ondes transverses en mode de transmission dans la direction X : observation pour trois directions de polarisation différentes

La même manipulation a été faite avec Y comme direction de propagation des ondes transverses. Dans ce cas, les ondes rapides étaient détectées avec une direction de polarisation parallèle à Z (Figure 144.c), alors que les ondes lentes étaient détectées avec une direction de polarisation selon X (Figure 144.a). La coexistence des deux modes était de nouveau détectée pour une direction de polarisation de 45° par rapport à X (Figure 144.b).

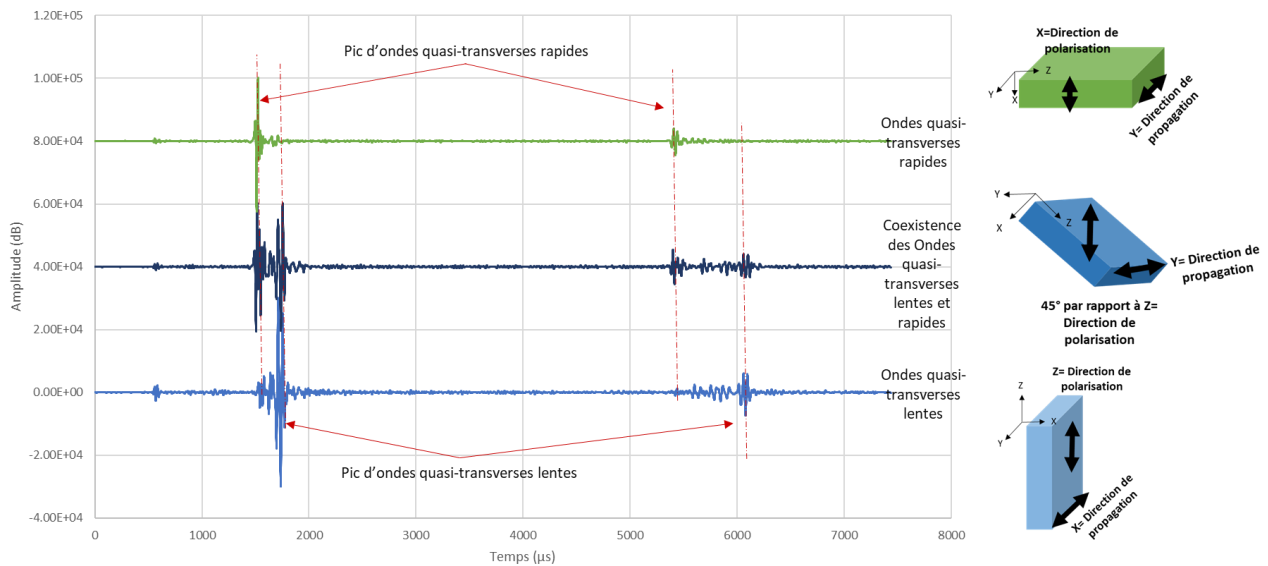


Figure 144: Signaux d'acquisition obtenus pour des ondes transverses en mode de transmission dans la direction Y : observation pour trois directions de polarisation différentes

Suivant la direction Z, seules les polarisations suivant X ou suivant Y ont été mesurées (Figure 145). Par ces mesures, le plan XY semble donc correspondre à un plan de symétrie quasi-isotrope du matériau. En effet le facteur quantifiant l'anisotropie dans la direction de propagation Z, α_Z^T , déduit de ces mesures, est très faible par rapport aux facteurs estimés selon les autres axes.

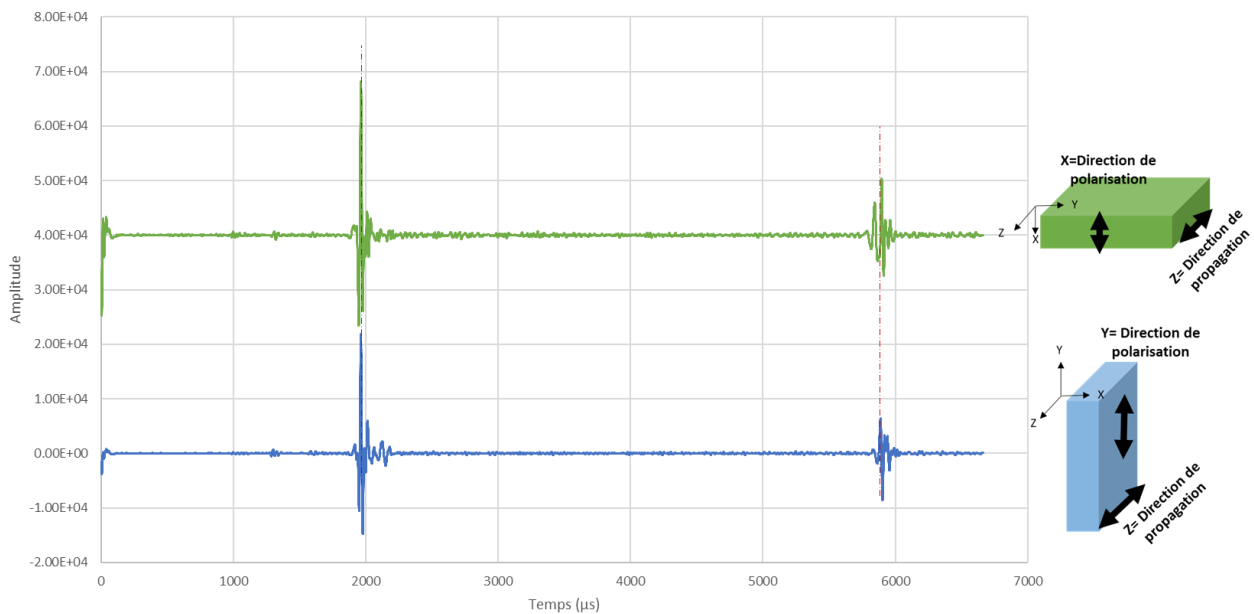


Figure 145: Propagation des ondes ultrasonores transverses dans la direction Z du parallélépipède (configuration par transmission)

V.1.3. Discussion

Lors des mesures de propagation selon l'axe X nous avons pu observer que la vitesse des ondes transverses est différente pour les polarisations alignées sur la direction Y (mode de cisaillement lent) ou la direction Z (mode de cisaillement rapide), les deux types d'ondes coexistent pour une polarisation à 45° de l'axe Y. Comme indiqué, ceci résulte de l'anisotropie élastique du polycristal, mais le fait de n'observer principalement qu'un seul mode de cisaillement lorsque l'onde est polarisée selon les axes de l'échantillon laisse supposer que les trois axes X, Y et Z de l'échantillon

correspondent à des axes de symétrie du matériau.

Les formes que peut prendre un tenseur d'élasticité selon la symétrie du milieu sont présentées sur la Figure 146. Parmi ces huit tenseurs, seuls ceux numérotés de 4 à 6 ont trois plans de symétrie et une différence de propriétés selon X/Y et Z.

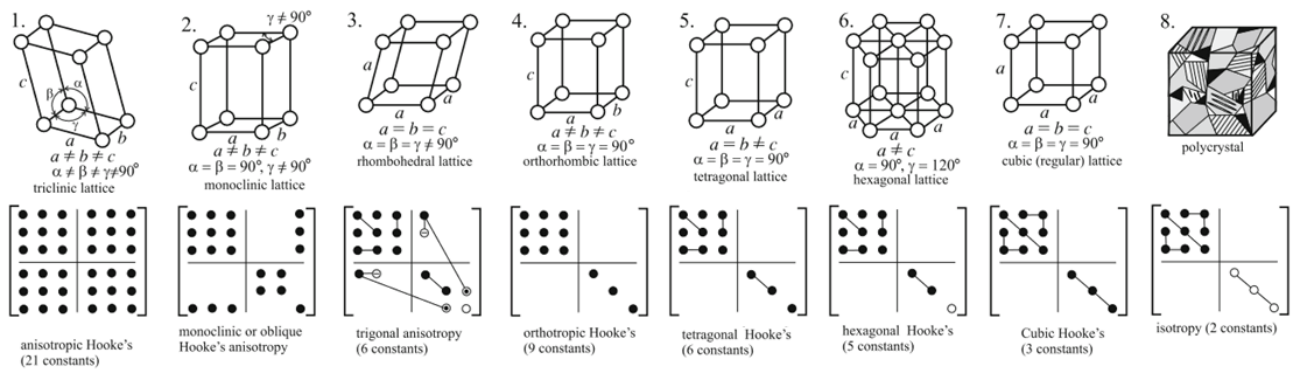


Figure 146 : Forme des tenseurs d'élasticité pour différents milieux [149] ; la symétrie hexagonale est identique à l'isotropie transverse.

Dans le cas où les ondes se propagent dans la direction Z, le changement de polarisation (soit une polarisation suivant X ou suivant Y) n'affecte pas la valeur des vitesses des ondes. Ainsi, sachant que les ondes transverses sont assez sensibles à l'anisotropie élastique et que les valeurs des vitesses dans le cas d'une polarisation suivant X ou Y sont assez proches (quelle que soit la direction de propagation des ondes), on peut en conclure que le parallélépipède présente soit une symétrie du tenseur d'élasticité proche de celle d'une maille cristalline tétragonale ($C_{11}=C_{22}$, $C_{13}=C_{23}$, $C_{44}=C_{55}$) soit de l'isotropie transverse. La seule différence entre les deux tenseurs est que les coefficients élastiques respectent la relation suivante uniquement dans le cas de l'isotropie transverse :

$$C_{12} = C_{11} - 2C_{66}$$

Dans la mesure où seule la valeur de C_{12} permet de différencier les deux tenseurs, on peut se convaincre en résolvant l'équation de Christoffel que les mesures que nous avons effectuées ne permettent pas de trancher définitivement. Simuler les courbes de lenteurs sur CIVA permet de déduire les mesures qui auraient permis de déduire définitivement la forme du tenseur. A titre d'exemple, la Figure 147 montre comment la forme du tenseur influence les vitesses des ondes transverses dans le plan XY. La polarisation des ondes n'ayant une influence que sur l'amplitude relative des ondes lentes et rapides, il aurait fallu par exemple employer des ondes à 45° de X pour discriminer définitivement les deux tenseurs.

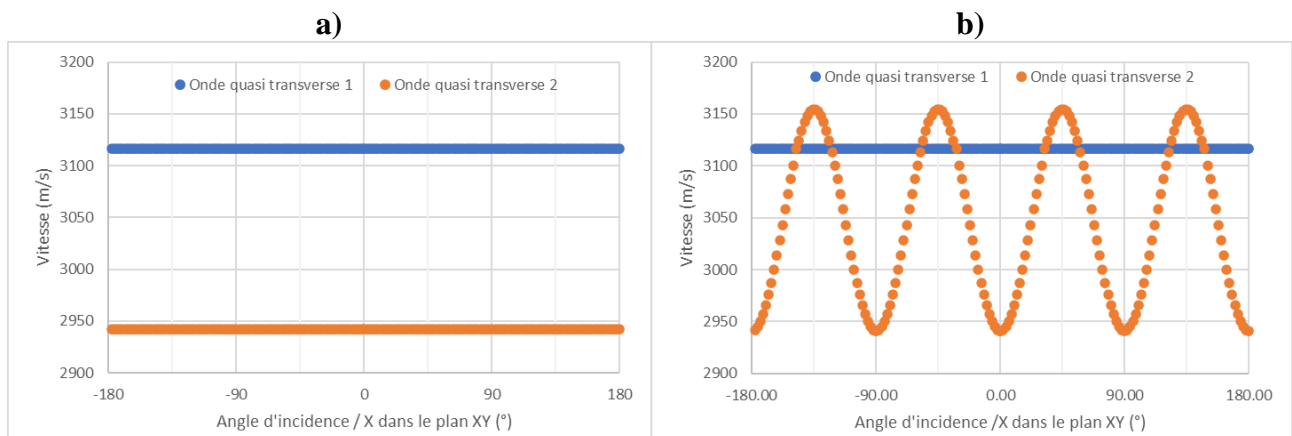


Figure 147 : Vitesse des ondes quasi transverses pour des directions de propagation dans le plan XY pour un tenseur isotrope transverse (a) et pour un tenseur tétragonal (b)

V.2. Estimations de l'anisotropie élastique à partir des données de texture

A partir des analyses de texture cristalline détaillées dans les chapitres III et VI, l'anisotropie élastique du matériau peut être estimée en s'appuyant sur des modèles mécaniques. Ces anisotropies peuvent ensuite être comparées à celles mesurées expérimentalement avec les ultrasons.

V.2.1. Calcul du tenseur de rigidité d'un polycristal

Nous avons utilisé les méthodes de Voigt, Reuss et Hill pour estimer le tenseur du polycristal à partir des constantes élastiques du monocristal. Un polycristal peut être considéré comme un « mélange » de monocristaux d'orientations différentes. Le tenseur de rigidité d'un monocristal cubique dans le repère associé à la maille élémentaire (en utilisant la notation de Voigt) est de la forme :

$$C_{ijkl}^{mono} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix}$$

Dans le repère d'échantillon, le tenseur dépend de l'orientation du cristal, g , exprimée sous forme d'une matrice de changement de base 3×3 :

$$C_{ijkl}(g) = g_{im} \cdot g_{jn} \cdot g_{ko} \cdot g_{lp} \cdot C_{mnop}^{mono}$$

La méthode de Voigt consiste à sommer les tenseurs de rigidité des monocristaux, pondérés par leurs fractions volumiques [150] :

$$\langle C \rangle = \int C(g) f(g) dg$$

Cela revient à considérer que tous les cristaux travaillent à iso-déformation. La méthode de Reuss est similaire mais effectue la somme pondérée des tenseurs des souplesses [151] :

$$\langle S \rangle = \int S(g) f(g) dg$$

avec $S = C^{-1}$. Ce qui revient cette fois à travailler à iso-contrainte. Comme l'illustre la Figure 148, ces deux hypothèses reviennent à assumer un polycristal constitué respectivement de grains/plaquettes allongés respectivement parallèlement ou perpendiculairement à la sollicitation mécanique. C'est pourquoi on parle aussi de modèles en parallèle ou en série par analogie à la loi d'Ohm.

On peut montrer que les approches de Voigt et Reuss correspondent à des bornes entre lesquelles se situent les propriétés du polycristal. Hill a proposé alors d'approximer le comportement d'un polycristal constitué de grains équiaxes en considérant la moyenne des tenseurs de Voigt et de Reuss [152]. Notons qu'il existe d'autres modèles [153] mais dont les solutions sont toujours comprises entre les bornes de Voigt et Reuss et qui sont souvent proches du schéma de Hill.

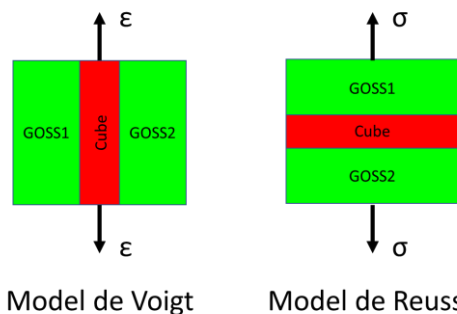


Figure 148: Schématisation des modèles de Voigt et Reuss

Deux jeux de constantes de rigidité d'un monocristal d'Inconel 625 ont été tirés de la littérature [154,155]. Ils sont donnés dans le tableau suivant. Le coefficient d'anisotropie A (ou rapport de Zener)

est défini tel que $A = 2C_{44} / (C_{11}-C_{12})$ [156] :

Tableau 11 : Coefficients de rigidité et rapport d'anisotropie du monocristal d'Inconel 625

Désignation du jeu de constantes	C_{11} (GPa)	C_{12} (GPa)	C_{44} (GPa)	A	Reference
Inconel625(A)	243.6	156.7	117.8	2.71	[154]
Inconel625(B)	234.6	145.4	126.2	2.83	[155]

Concernant la fonction de texture, nous avons utilisé la plus grosse carte EBSD acquise dans cette étude (données de la Figure 92 du chapitre III). En pratique, pour effectuer le calcul, on peut soit discrétiser la fonction de texture $f(g)$, soit utiliser la liste des grains (orientation moyenne et taille) obtenue à partir des données EBSD. Les deux méthodes sont implémentées dans le logiciel ATEX et donnent des résultats similaires.

Le tenseur de rigidité du polycristal constitutif du parallélépipède, calculé avec la méthode de Hill et le jeu de constante du monocristal Inconel625(A), est donnée dans le Tableau 12 où il est comparé à un tenseur de rigidité orthotrope idéal.

Tableau 12 : a) Tenseur de rigidité en GPa du polycristal calculé à partir de la texture et des coefficients de rigidité monocristallins Inconel625(A en utilisant un modèle de Hill ; b) tenseur de rigidité pour un milieu orthotrope idéal

$$\text{a) } \begin{pmatrix} 294.15 & 126.61 & 135.94 & 0.4 & 0.5 & -2.42 \\ 126.61 & 294.49 & 135.6 & -0.4 & 1.15 & 2.36 \\ 135.94 & 135.6 & 285.17 & 0 & -1.65 & 0.07 \\ 0.4 & -0.4 & 0 & 81.66 & 0.08 & 1.1 \\ 0.5 & 1.15 & -1.65 & 0.08 & 82.02 & 0.39 \\ -2.42 & 2.36 & 0.07 & 1.1 & 0.39 & 72.98 \end{pmatrix} \quad \text{b) } \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix}$$

La forme du tenseur de rigidité du polycristal présenté dans le Tableau 12.a est très proche de celle d'un milieu orthotrope idéal (Tableau 12.b) où le nombre de constantes d'élasticité indépendantes est de 9 : $C_{11}, C_{22}, C_{33}, C_{44}, C_{55}, C_{66}, C_{12}, C_{13}$ et C_{23} . On peut même préciser qu'elle est similaire à celle d'un milieu élastique de symétrie tétragonale (orthotropie où $C_{11} = C_{22}, C_{23} = C_{13}, C_{44} = C_{55}$). Mais elle diffère toutefois de l'isotropie transverse puisque $C_{66} \neq (C_{11}-C_{12})/2$.

V.2.2. Calcul des vitesses de propagation à partir du tenseur de rigidité du polycristal

La résolution des équations de Christoffel permet de calculer la vitesse de propagation d'une onde plane dans un milieu solide anisotrope décrit par son tenseur de rigidité. Un tenseur de rigidité orthotrope, comme décrit dans le Tableau 12.b, possède trois plans de symétrie perpendiculaires entre eux. Dans le cas de notre étude, ces plans de symétrie sont confondus avec les trois axes principaux X, Y et Z de l'échantillon, et ceci est appuyé par les résultats trouvés après les mesures des vitesses des ondes ultrasonores transverses (voir la partie V.2.1). Dans le cas d'une symétrie orthotrope, pour les ondes ultrasonores qui se propagent selon les axes de symétrie, les solutions de l'équation de Christoffel sont simples :

- Ondes longitudinales selon i :

$$\rho \cdot V_{ii}^2 = C_{ii}$$

- Ondes transverses selon i polarisées selon j :

$$\rho \cdot V_{ij}^2 = C_{ll} \text{ avec } l = 9 - (i + j) \text{ et } i \neq j$$

Où C_{ij} sont les constantes de la matrice de rigidité (notation à 6 indices de Voigt), ρ est la densité du matériau et V_{ij} est toujours la vitesse selon la direction i d'une onde polarisée dans la direction j .

Se concentrer uniquement sur les facteurs d'anisotropie en substituant les vitesses dans les facteurs d'anisotropie α_i^l et α_i^T permet de s'affranchir de la densité.

Les facteurs d'anisotropie ainsi estimés sont reportés dans le Tableau 13. Par souci de simplicité, nous ne discutons ici que des facteurs α_i^T (les facteurs α_i^L étant trop sensibles aux incertitudes). Les bornes de Voigt et Reuss sont aussi indiquées pour discuter les résultats. La tendance de variation des facteurs d'anisotropie obtenues à partir de la mesure de la texture cristalline est la même que celle mesurée via les vitesses des ondes ultrasonores mesurées expérimentalement. Les trois modèles mettent en évidence une anisotropie élastique entre la direction Z et les deux autres directions X et Y et une isotropie dans le plan de lasage.

Tableau 13 : Facteurs d'anisotropie calculés en utilisant les constantes de la matrice de rigidité obtenue par les données de texture avec EBSD et le jeu de constantes du monocristal Inconel625(A)

Modèle de Voigt			Modèle de Reuss			Modèle de Hill		
Direction de propagation des ondes transverses	Anisotropie		Direction de propagation des ondes transverses	Anisotropie		Direction de propagation des ondes transverses	Anisotropie	
	X	α_X^T		5,479	X		α_X^T	6,293
Y	α_Y^T	5,292	Y	α_Y^T	6,038	Y	α_Y^T	5,617
Z	α_Z^T	0,187	Z	α_Z^T	0,256	Z	α_Z^T	0,220
$(\alpha_X^T + \alpha_Y^T)/2$		5,386	$(\alpha_X^T + \alpha_Y^T)/2$		6,166	$(\alpha_X^T + \alpha_Y^T)/2$		5,727

Les mécaniciens pourront noter que, de manière assez contre intuitive, c'est la méthode de Reuss qui présente les anisotropies les plus marquées alors qu'elle correspond théoriquement à la borne basse de la rigidité. L'explication réside dans l'utilisation des ondes de cisaillement pour quantifier l'anisotropie. La Figure 149 schématise comment se comportent les modèles de Voigt et Reuss lorsque le cisaillement se produit selon Z ou selon Y (pour une propagation selon X).

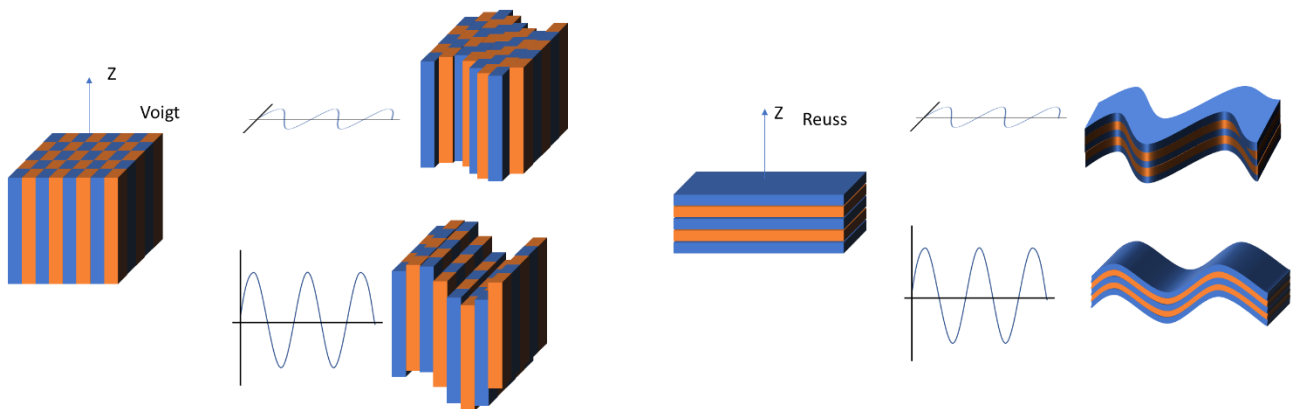


Figure 149 : Schéma illustrant la différence de comportement des modèles de Voigt et Reuss face à une onde de cisaillement

Pour comparer nos résultats aux mesures de la section précédente, nous avons choisi de calculer un facteur d'anisotropie moyen dans le plan XY de normale Z pour chacun des modèles (dernière ligne du Tableau 13). Tous ces facteurs, y compris celui de la borne haute du modèle de Reuss, sont très en-dessous de ceux mesurés par ultrasons (valeurs 9,3 et 10 du Tableau 9).

V.2.3. Etude de la sensibilité de la méthode basée sur la texture

Nous avons donc mis en évidence une différence d'amplitude entre l'anisotropie mesurée par ultrasons et celle estimée à partir des mesures de texture, même si leur sens est identique. Cette section comprend une analyse de sensibilité et une discussion de ces résultats.

Le Tableau 14 présente une comparaison entre facteurs d'anisotropie obtenus, soit par mesures ultrasoniques, soit par calcul micro-macro à partir des textures obtenues par EBSD ou DRX, en faisant varier à la fois la texture (déterminée soit par EBSD soit par RX) et le jeu de constantes

d'élasticité du monocristal d'Inconel 625 (Tableau 11).

Tableau 14 : Comparaison des facteurs d'anisotropie déterminés par différentes approches

Approches suivies	Facteur d'anisotropie		
	Voigt	Hill	Reuss
C_{ij} déterminées avec texture (EBSD) + monocristal Inconel625(A)	5,39	5,73	6,17
C_{ij} déterminées avec texture (EBSD) + monocristal Inconel625(B)	5,55	5,91	6,38
C_{ij} déterminées avec texture (RX) + monocristal Inconel625(A)	6,15	6,15	6,56
C_{ij} déterminées avec texture (RX) + monocristal Inconel625(B)	6.37	6.37	6.81
α_Y^T calculé en utilisant les vitesses des ondes quasi transverses expérimentales	10±1,7		

Cette étude de sensibilité montre que le paramètre ayant la plus grande influence sur l'anisotropie est le choix de la méthode d'homogénéisation, suivi de la texture et enfin des coefficients du monocristal. On peut noter que la texture RX est plus marquée que celle mesurée en EBSD, avec un indice de texture de 1.34 mais elle est qualitativement similaire. Il faut noter que si l'influence de la méthode d'homogénéisation est la plus forte sur l'anisotropie, c'est aussi le facteur le plus important sur la rigidité. Les méthodes de Voigt et Reuss donnent des valeurs très en dehors de ce à quoi on peut s'attendre pour un polycristal de Nickel (quelle que soit sa texture).

Les seules variables sur lesquelles jouer pour essayer de retrouver des niveaux d'anisotropie sont les valeurs de la matrice de rigidité du monocristal. Le problème a alors été pris à l'envers : quelles propriétés élastiques du monocristal cubique reproduiraient au mieux les vitesses mesurées expérimentalement, considérant que la texture est connue et que le schéma de Hill peut être utilisé en première approximation ? Pour cela, l'espace de paramètres C_{11} , C_{12} , C_{44} a été discrétisé d'abord avec un pas grossier de 2 GPa puis avec un pas plus fin de 0,2 GPa autour de la meilleure solution. Pour chaque ensemble de paramètres, la matrice de rigidité a été calculée en utilisant la texture cristallographique et le schéma de Hill.

Les propriétés de neuf ondes planes élastiques (trois ondes quasi-longitudinales et six ondes quasi-transverses) ont été calculées à l'aide du code SlowBaw basé sur la résolution de l'équation de Christoffel, en utilisant le tenseur de symétrie triclinique (pas de solution analytique simple comme pour le cas orthotrope mais résolution d'un polynôme de degré 3). Leurs vitesses ont été calculées pour chaque ensemble de coefficients élastiques de l'espace des paramètres, en utilisant une masse volumique de 8440 kg/m³. Le jeu de coefficients le plus représentatif a été choisi par la méthode des moindres carrés de la différence entre les vitesses mesurées et celles calculées. Les meilleurs coefficients trouvés étaient alors :

$$C_{11} = 226.6 \text{ GPa}, C_{12} = 162.6 \text{ GPa}, C_{44} = 134 \text{ GPa}.$$

Cet ensemble de coefficients donne une valeur α_Y de 8,6 (voir le Tableau 15), qui est plus proche de la valeur mesurée $\alpha_Y = 10$. Cependant, ces coefficients sous-évaluent encore l'anisotropie expérimentale observée. Il leur correspond un facteur Zener A égal à 4,1. Ce dernier est beaucoup plus élevé que celui obtenu à partir des constantes dans le Tableau 11, et que ce qui est généralement renseigné dans la littérature pour le nickel et ses alliages. Ces constatations suggèrent que la différence entre les valeurs obtenues par les deux approches expérimentées dans cette thèse ne repose probablement pas sur une méconnaissance des valeurs vraies du tenseur de rigidité.

Tableau 15 : Vitesses obtenues par ajustement des constantes élastiques à l'aide de la texture mesurée, du schéma de Hill et du code SlowBaw

Directions de propagation	Vitesses des ondes longitudinales [m/s]	Ondes transverses		
		Directions de polarisation	Vitesses [m/s]	Facteurs d'anisotropie (%)
X	5932	Y	2781	$\alpha_X=8.6$
		Z	3030	
Y	5928	X	2778	$\alpha_Y=8.5$
		Z	3025	
Z	5791	X	3021	$\alpha_Z=0.3$
		Y	3030	

Au Chapitre III, nous avons mis en évidence une légère anisotropie morphologique des grains rappelée également sur la Figure 150. Le modèle de Hill n'est donc pas le plus pertinent, mais on a vu que la borne supérieure du facteur d'anisotropie donnée par le modèle de Reuss restait inférieure à la valeur obtenue par ultrasons. Ces modèles ont été présentés plus haut dans le cas d'une sollicitation mécanique de traction (cf. Figure 148), mais la situation est sans doute plus complexe dans le cas de la propagation d'ondes élastiques transverses (cf. Figure 149). Pour évaluer l'effet de la forme, considérons deux situations selon la nature des ondes ultrasonores qui se propagent dans le matériau :

- Lorsque les ondes ultrasonores longitudinales se propagent suivant la direction Z, on peut assimiler cette vibration à une sollicitation uniaxiale selon Z. Prenant en considération que les grains sont allongés suivant Z (voir la Figure 150), l'approximation de Voigt semble être plus réaliste. Celle de Hill peut donner des valeurs de vitesses de propagation sous estimées (puisque l'approximation de Voigt correspond à la borne supérieure de rigidité). Inversement, lorsque les ondes ultrasonores longitudinales de propagent selon X ou Y, la direction de vibration est perpendiculaire au sens d'allongement des grains et l'approximation de Reuss semble donc dans ce cas plus réaliste. Donc les valeurs des vitesses de propagation des ondes longitudinales données par l'approximation de Hill seront dans ce cas surestimées (puisque l'approximation de Reuss présente la borne inférieure). Pour les ondes longitudinales, une meilleure prise en compte de la forme des grains conduirait à une augmentation de l'anisotropie élastique.
- Lorsque les ondes ultrasonores transverses se propagent suivant la direction Z, leur direction de vibration est selon X ou Y. On peut assimiler cette vibration à une sollicitation en cisaillement suivant la direction X ou Y qui sont des directions perpendiculaires au sens de l'allongement des grains. Dans ce cas de figure, on peut considérer que l'approximation de Reuss est plus réaliste, et que les valeurs des vitesses des ondes transverses seront donc surestimées par l'approximation de Hill. Le même raisonnement conduit à penser que les vitesses sont sous estimées par le modèle de Hill pour les ondes transverses se propageant dans le plan XY.

Pour s'affranchir de ces problèmes, on aurait pu utiliser un modèle autocohérent élastique capable de prendre en compte les distributions de forme et d'orientation des grains en les approximant par des ellipsoïdes.

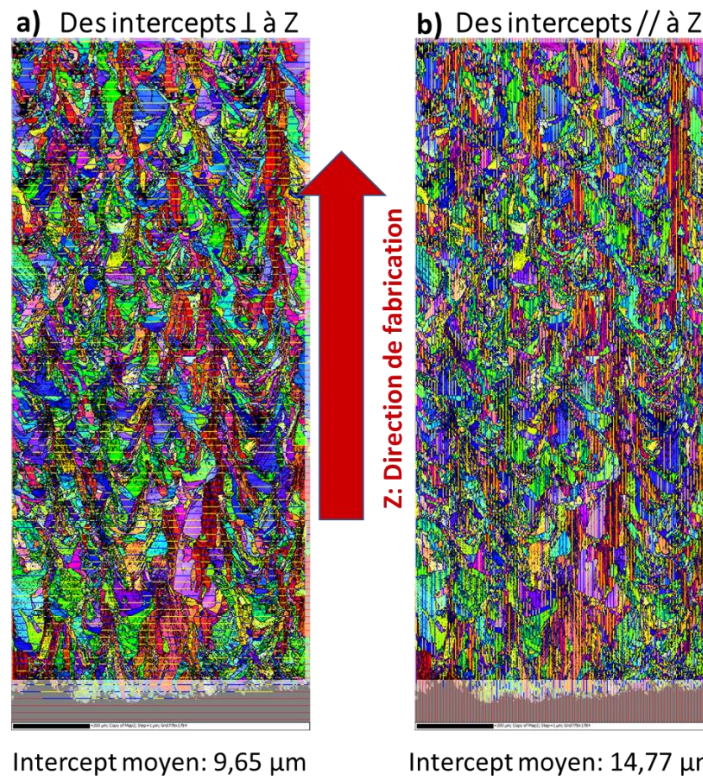


Figure 150: Valeurs moyennes des intercepts mesurés dans ; a) des directions perpendiculaires à la direction de fabrication Z ; b) des directions parallèles à la direction de fabrication Z

V.2.4. Effets possibles d'autres caractéristiques de microstructure

D'autres caractéristiques de microstructure comme les défauts internes pourraient avoir une influence de second ordre sur la matrice de rigidité et la propagation des ondes. Il a été observé que la rigidité et/ou la vitesse d'ondes mécanique décroît avec la fraction de porosité [157]. La littérature n'arbitre souvent pas entre les influences respectives de la texture cristallographique et des défauts internes, tels que l'alignement des porosités ou des traces d'oxyde entre les couches successives. Bien que des alignements de porosités aient effectivement été détectés dans notre cas (Figure 151), la très faible fraction volumique de ces défauts ($\sim 0,2\%$) ne paraît pas suffisante pour affecter les propriétés élastiques du matériau.

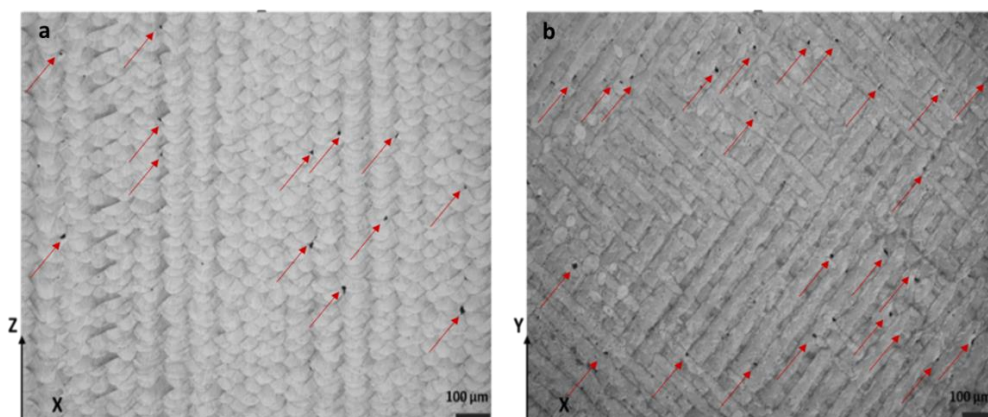


Figure 151: Porosités désignées par des flèches rouges dans le plan XZ (a) et dans le plan XY (b)

D'autres études pointent également l'existence de liserés d'oxydes entre bains successifs, qui pourrait également affecter la propagation des ondes [158]. Dans notre étude, aucune marque d'oxydation n'a été mise en évidence aux échelles d'analyse et avec les techniques utilisées dans ce travail.

V.3. Conclusions

Nous avons pu mettre en évidence que la faible texture cristalline a un effet limité mais toujours mesurable sur la vitesse de propagation des ondes longitudinales. Cependant, l'anisotropie élastique peut être plus facilement mise en évidence lorsque des ondes transverses polarisées selon différentes directions sont utilisées. Nous avons alors défini un facteur d'anisotropie de propagation, comme la différence relative des vitesses de propagation selon la direction de polarisation, pour une direction de propagation donnée. Un facteur de l'ordre de 10% a pu être mesuré pour une propagation dans une direction du plan de lasage, alors qu'un comportement proche de l'isotropie est obtenu pour une propagation dans la direction de construction.

Les mêmes facteurs ont également été évalués en partant des données de texture et en utilisant différents modèles de transition micro-macro et différents jeux de coefficients de rigidité du monocristal. Si les tendances obtenues par cette approche reproduisent qualitativement les tendances observées par ultrasons, les valeurs des facteurs d'anisotropie de propagation prédites sont notablement plus faibles que celles mesurées. Une analyse de l'effet des différents paramètres d'entrée du modèle n'ont pas permis de conclure sur l'origine de cette différence.

Les mesures ultrasonores réalisées dans ce travail ont souvent été interprétées sous l'hypothèse que les directions X, Y et Z sont les axes de symétrie d'un milieu orthotrope. Cette hypothèse peut générer un biais important, en particulier pour les mesures de contact des propriétés des ondes transverses. D'autres mesures auraient pu permettre d'obtenir des résultats complémentaires et plus généraux avec un montage de caractérisation par ondes ultrasonores plus sophistiqué et permettre une identification globale du tenseur de rigidité [102].

Conclusions et perspectives

Le premier objectif de ce travail était d'apporter plus de compréhension des caractéristiques de la microstructure et de la texture cristallines des pièces issues du procédé de fabrication additive par fusion laser sur un lit de poudre, communément appelé SLM. Il était important de relier ces caractéristiques à certains paramètres du procédé qui sont la puissance, la vitesse et le focus du laser, ainsi que la stratégie de lasage (construction des couches successives). Vu que le procédé de fusion laser sur un lit de poudre est de nature anisotrope, la question de l'anisotropie élastique qui pourrait résulter de ce procédé a aussi été traitée. Pour ce faire, des ondes ultrasonores de volume (transverses et longitudinales) ont été propagées selon différentes directions d'une pièce précédemment caractérisée. Leurs vitesses de propagation ont été mesurées avec différentes méthodes, ce qui a permis de caractériser l'anisotropie élastique de l'échantillon. Les mesures ont enfin été comparées aux prévisions obtenues à l'aide d'une autre approche basée sur les données de la texture cristalline et sur des calculs d'élasticité à l'aide de modèles 'micro-macro' classiques.

Avant de commencer le travail expérimental, une étude bibliographique a été faite sur quatre sujets principaux constituant « le squelette » du travail de recherche. Le premier thème portait sur la fabrication additive, où nous avons présenté cette technique depuis son cadre général jusqu'à la fabrication additive métallique, en se concentrant sur le procédé utilisé pour réaliser les pièces étudiées dans ce travail : le procédé de fusion laser sur un lit de poudre. La description de la technique a été faite ainsi que ses possibilités et ses limites. A ce niveau, des concepts relatifs à ce procédé ont été présentés, ainsi que des termes techniques qui seront plus tard utilisés lors de l'étude de nos échantillons. Le deuxième sujet présenté dans l'étude bibliographique concerne le matériau utilisé pour fabriquer tous les échantillons étudiés dans ce travail : l'Inconel 625. Une présentation générale de ce matériau a été faite, tout en évoquant les microstructures et les phases caractéristiques de ce matériau dans le cas standard. Ensuite, les microstructures de l'Inconel 625 issues de la fabrication additive ont été présentées, en insistant sur le procédé SLM. Le troisième sujet comportait un état de l'art issu de plusieurs études antérieures sur les textures cristallines résultant du procédé SLM, ainsi que sur leurs relations avec les paramètres du procédé. Cette partie a bien montré que les paramètres opératoires sont d'une grande importance sur les textures et les propriétés mécaniques finales des pièces issues de ce type de procédés. A ce niveau, des études antérieures ont donné des pistes pour le contrôle des microstructures et des textures cristallines à travers les paramètres du procédé. L'anisotropie élastique peut ainsi être limitée ou provoquée en manipulant ces paramètres, notamment la stratégie de balayage du laser. La dernière partie de l'étude bibliographique portait sur l'évaluation non destructive par ondes ultrasonores, vu que cette méthode a été choisie pour caractériser l'anisotropie élastique dans notre travail, et qu'elle est largement utilisée en pratique pour évaluer la qualité métallurgique des pièces. Un rappel sur les relations entre les ondes ultrasonores et l'élasticité a été fait.

Dans le deuxième chapitre, les échantillons utilisés ont été décrits. Les techniques de caractérisation de la microstructure et de la texture cristalline, ainsi que les techniques de caractérisation par ondes ultrasonores ont été présentées. Les conditions expérimentales ainsi que des notions de base utilisées dans certaines techniques ont été aussi détaillées, en particulier les conditions de l'étude des bains de fusion, des structures de solidification, des porosités et la caractérisation de la phase δ après traitements thermiques. Pour la texture cristalline, des techniques comme l'EBSD et la diffraction par rayons X, primordiales pour notre étude, ont été présentées en détails. Cette partie a été clôturée par une présentation de la manière avec laquelle les ondes ultrasonores ont été utilisées pour caractériser l'anisotropie élastique éventuellement présente dans les pièces analysées.

Les premiers résultats de ce travail, présentés au Chapitre III, concernent essentiellement une caractérisation de la microstructure et de la texture cristalline de certains échantillons élaborés sous les conditions standards du fabriquant. Il s'agit principalement de deux types d'échantillons : un échantillon parallélépipédique et un échantillon cubique élaborés dans des conditions standards de

puissance, de vitesse et de focus du laser, avec un balayage croisé à 90° entre couches successives. A noter que ces deux échantillons ont été faits selon les conditions standards d'une machine différente. Un second échantillon cubique élaboré aussi dans les conditions standards, hormis la stratégie de balayage du laser qui était unidirectionnelle, a été également analysé pour aider à comprendre les mécanismes mis en jeu. La visualisation des cordons de lasage et des bains de fusion par attaque électrolytique sur des micrographies optiques, ainsi que l'analyse des cartographies EBSD, ont permis de déduire la stratégie suivie par le laser lors de son balayage. En outre, les structures cellulaires caractéristiques de la solidification ultra-rapide sous des gradients thermiques très élevés liés à la fabrication additive (SLM) ont été observées sur des micrographies perpendiculaires et parallèles à la direction du déplacement du laser. Ces structures de solidification ont aussi été observées et analysées à plus fort grandissement en imagerie par électrons rétrodiffusés et EDS. Il a été possible d'observer des ségrégations chimiques, indiquant que les zones intercellulaires sont enrichies en niobium. Cette concentration plus élevée en niobium peut favoriser la formation de la phase δ indésirable pour les propriétés mécaniques de la pièce. Aucune précipitation n'a cependant été détectée sur la structure brute de fabrication, contrairement à certaines études antérieures. Les structures de solidification présentes dans l'échantillon parallélépipédique fait par balayage croisé ont paru plus homogènes que celles présentes dans l'échantillon réalisé par balayage unidirectionnel où les structures de solidification entre bains de fusion sont plus grossières qu'au centre. Dans ce chapitre, une attention particulière a été accordée aux porosités présentes dans les pièces analysées, vu que ces porosités déterminent la qualité métallurgique des pièces de fabrication additive. Nous avons trouvé que les pièces faites dans les conditions standards présentent très peu de porosités (vers 0,2% au maximum), ce qui prouve que cette technique de fabrication additive permet d'assurer une bonne densité finale des pièces, même avant de passer par des post-traitements comme le HIP. Les porosités présentaient deux morphologies typiques : d'une part, des porosités avec des formes irrégulières, localisées aux intersections entre bains de fusion. Ces porosités sont liées probablement à un manque de fusion dû à une trop faible densité d'énergie. D'autre part, des porosités sphériques ont été repérées en sous-surface, au voisinage du contour des pièces. Ces porosités sphériques peuvent être associées à l'effet Keyhole dû à une densité d'énergie importante qui accompagne un ralentissement du laser au moment d'un changement de direction. Pour l'échantillon cubique réalisé par balayage unidirectionnel, des porosités sphériques ont été également repérées aux centres des cordons, mais leur origine reste inconnue.

Les textures cristallines des pièces réalisées dans des conditions standards ont été aussi étudiées. Elles sont globalement assez faibles. Les tendances principales sont un alignement des directions $\langle 100 \rangle$ du CFC parallèlement à la direction de construction (DC) et aux directions du lasage (DL). La texture $\langle 100 \rangle // DC$ est due à des grains allongés selon DC et situés aux centres de bains de fusion. Dans le parallélépipède, ils alternent avec des grains plus compacts, voire équiaxes, ce qui résulte en une structure en chevrons caractéristique. Les textures observées peuvent être assimilées à un mélange des composantes de textures parfaites « Cube » et « GOSS ». Dans cette partie, nous avons aussi cherché à investiguer si les dimensions des pièces peuvent influencer la texture cristalline. Pour cela, nous avons utilisé deux échantillons cubiques faits exactement dans les mêmes conditions mais avec deux dimensions différentes. Nous n'avons détecté aucune différence de composantes de texture (au décalage angulaire prêt). Il est aussi important de noter que le balayage croisé a permis d'homogénéiser davantage la texture cristalline, vu que les changements de balayage successifs permettent de rendre la texture plus isotrope en se basant sur la compétition d'orientations.

Pour pousser nos analyses un peu plus loin, nous avons investigué les origines de la texture et comment elle est formée au cours du processus de fusion/solidification/refusion/... Pour le faire, nous nous sommes appuyés sur des travaux antérieurs qui ont montré l'importance de la forme du bain de fusion -qui dépend des conditions opératoires- sur la texture résultant de la solidification. Beaucoup des résultats de ces travaux ne sont cependant pas directement transposables au cas du SLM, car les vitesses en jeu dans ce procédé de fabrication additive sont plus élevées et les puissances sont moins importantes que dans des procédés plus classiques. Ainsi, des études similaires doivent être faites

pour le cas des pièces issues de SLM pour être plus pertinentes. De même, on manque encore de modélisation permettant de prédire une forme raisonnable des bains de fusion en fonction des paramètres du procédé.

La stabilité de la microstructure et de la texture standards des pièces issues de SLM a aussi été brièvement étudiée. Des traitements isothermes d'une heure sous différentes températures de recuits ont été réalisés pour déterminer à partir de quelle température la microstructure brute de fabrication commence à évoluer. Nous avons remarqué que la structure initiale est très stable, puisque la recristallisation ne commence qu'à partir d'une température de recuit de 1075°C. Cette recristallisation s'accompagne aussi d'une évolution de la texture cristallographique. L'indicateur KAM (Kernel Average Misorientation) a aussi été utilisé pour suivre les désorientations en fonction des températures du traitement thermique. Cet indicateur a affiché une distorsion intragranulaire entre 700°C et 1075°C, puis une diminution à 1100°C. Cette augmentation du KAM peut être reliée à une augmentation des distorsions du réseau qui pourrait être causée par de la précipitation, plus probablement de la phase δ . L'observation effective de cette phase a néanmoins nécessité un traitement thermique plus long (de 4 jours).

La partie suivante de ce travail concerne une étude plus systématique de l'influence de certains paramètres du procédé sur l'évolution des porosités et de la texture cristalline. 14 cubes élaborés avec des conditions expérimentales différentes ont été caractérisés. L'évolution des porosités a été quantifiée par le taux de porosités déterminé par analyse d'images, et l'évolution de la texture cristalline par l'indice de texture, déduit d'analyses EBSD. Nous avons trouvé que la vitesse de lasage était le paramètre le plus influent sur le taux de porosités, les plus faibles vitesses conduisant à une augmentation importante de ce paramètre, sans doute du fait de l'apparition d'un effet Keyhole. La focalisation du laser a également un effet notable sur le taux de porosités : le focus standard utilisé par le fabricant produit des pièces avec plus de porosités qu'un laser défocalisé. Ce point intrigant mérite d'être étudié plus profondément car dans notre cas nous disposons de peu d'informations sur les paramètres de focalisation. Nous avons noté que la stratégie de balayage n'a pas un effet notable sur le taux de porosités dans le cas de cette étude.

En ce qui concerne l'effet des paramètres sur la texture, il est clair que la stratégie de lasage agit au premier ordre sur la texturation, un balayage unidirectionnel produisant des pièces plus texturées qu'un balayage croisé d'une couche à l'autre. Le focus du laser a également été montré comme ayant une influence notable sur la nature de la texture cristalline. Cette fois, un laser défocalisé produit des pièces plus texturées qu'un laser focalisé. Dans cette partie nous avons consacré une attention particulière à la texture obtenue après un balayage unidirectionnel. A ce niveau nous avons mis en relief une alternance intéressante entre des bandes de grains ayant majoritairement les orientations $\langle 100 \rangle$ parallèlement à la direction de construction, et des grains ayant majoritairement des orientations $\langle 110 \rangle$, toujours parallèlement à la direction de construction Z. La raison derrière cette alternance n'a pas été définie précisément, mais nous pensons que d'autres paramètres du procédé, comme l'angle entre la direction du scan et la direction de soufflage du gaz de protection, peuvent avoir un lien avec cette texture particulière.

Nous avons donc montré à travers les parties précédentes qu'une certaine anisotropie (de morphologie de grains et de texture cristalline) est présente dans nos pièces issues du SLM, même si elle reste faible dans les conditions industrielles standards. Le dernier chapitre de ce travail a porté alors sur la question de savoir si ces anisotropies peuvent être traduites en anisotropie élastique, et sur l'évaluation de ces anisotropies par ondes ultrasonores. Contrairement à leur utilisation commune, les ondes ultrasonores n'ont pas été utilisées dans ce travail pour détecter des défauts, mais plutôt pour quantifier l'anisotropie présente dans les pièces issues du SLM. Pour ce faire, deux méthodes de quantification de l'anisotropie élastique ont été utilisées : une première méthode basée sur des essais expérimentaux où des ondes ultrasonores transverses et longitudinales ont été propagées dans nos pièces, et une deuxième méthode basée sur l'utilisation de nos données de texture cristalline afin de faire le chemin inverse en remontant aux vitesses de propagation des ondes ultrasonores via des

calculs du comportement élastique global du polycristal par une méthode d'homogénéisation. Avec la méthode expérimentale, nous avons pu mettre en évidence la présence d'une anisotropie élastique à l'aide des ondes ultrasonores transverses qui sont naturellement plus sensibles à l'anisotropie élastique. Cette anisotropie est caractérisée par le dédoublement des ondes en un mode de propagation rapide et un mode lent. Pour quantifier cette anisotropie, nous avons défini deux facteurs d'anisotropie apparents basés chacun sur les vitesses des ondes longitudinales et transverses. Les résultats montrent que l'anisotropie mesurée expérimentalement à travers les vraies vitesses des ondes se propageant dans notre échantillon est plus importante que celle obtenue via les données de la texture cristalline. Pour comprendre d'où vient cet écart, nous avons fait une analyse de sensibilité à différents paramètres du modèle : le paramètre ayant la plus grande influence sur l'anisotropie est le choix de la méthode d'homogénéisation, suivi de la texture et enfin des coefficients du monocristal donnés pour remonter aux vitesses. L'influence d'autres caractéristiques de la microstructure a été discutée, comme celle des défauts internes (notamment les porosités) et de leur alignement suivant certaines directions particulières. Nous avons aussi évoqué la possibilité de l'existence d'une certaine oxydation entre bains successifs, qui pourrait affecter la propagation des ondes. L'anisotropie morphologique des grains mise en évidence par les mesures d'intercepts verticaux et horizontaux peut aussi influencer la vitesse de propagation des ondes ultrasonores.

Ce travail a permis de répondre à certaines questions très importantes en relation avec la microstructure et la texture cristalline de pièces issues du SLM, en les reliant à certains paramètres du procédé. Par contre, il a aussi permis de faire apparaître au fur et à mesure d'autres questions sur la compréhension des mécanismes de formation de la microstructure et de la texture de fabrication (d'où l'importance des études de simulation numérique), l'investigation approfondie des phases en présence, du matériau brut de fabrication jusqu'au matériau ayant suivi des post-traitements thermiques, les mécanismes de l'influence des paramètres du procédé sur la microstructure et la texture, l'influence d'autres paramètres de fabrication (la poudre, le préchauffage de la plaque, la direction du flux du gaz inerte, ...), ainsi que la géométrie de la pièce (surtout les géométries les plus complexes) sur la microstructure, la texture et enfin les propriétés mécaniques de la pièce finale.

Annexes

Annexe A : Mesure des densités des petits cubes par densitométrie par immersion (méthode d'Archimède)

La mesure des densités des petits cubes a été aussi réalisée par la technique de poussée d'Archimède, comme présenté par Spierings et al. [159], en pesant le cube immergé et émergé. La densité est alors donnée par :

$$\rho(p) = \frac{ma}{ma - mf} \cdot \rho(fl)$$

Avec $\rho(p)$: la densité de la pièce, ma : la masse de la pièce dans l'air (émergée), mf : la masse de la pièce dans l'eau (immergée), $\rho(fl)$: la densité de l'eau

Le tableau ci-dessous donne l'ensemble des résultats obtenus. La même manipulation a été répétée trois fois pour chaque cube pour pouvoir en déduire une incertitude de mesure. On peut remarquer que la précision est de l'ordre de 3% ce qui est insuffisant pour mesurer efficacement des taux de porosité de l'ordre de 0.2%.

Tableau A.1: détails des mesures des densités des 18 petits cubes, chacun élaboré par un jeu de paramètres différents

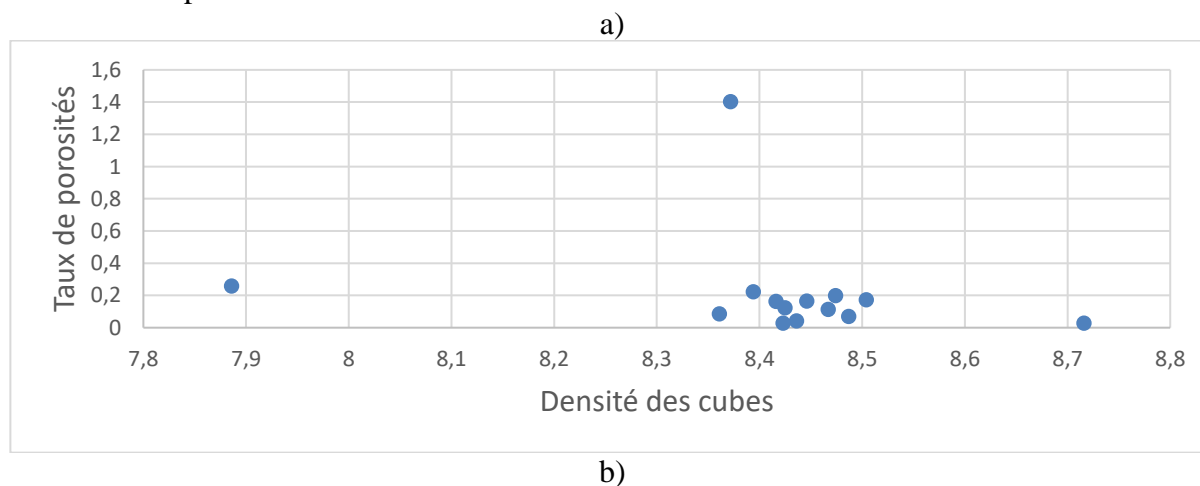
	Cube n°1	Cube n°2	Cube n°3	Cube n°4	Cube n°5	Cube n°6	Cube n°7	Cube n°8	Cube n°9	Cube n°10	Cube n°11	Cube n°12	Cube n°13	Cube n°14	Cube n°15	Cube n°16	Cube n°17	Cube n°18
Essai 1 ma (g)	8,487	8,352	8,256	8,563	8,477	8,231	8,51	8,437	8,379	8,239	8,522	8,492	8,168	8,261	8,785	8,634	8,654	13,321
ma – mf (g)	1,187	0,972	0,972	1,005	1,005	0,984	1,006	0,999	0,993	0,985	0,92	1,004	0,977	0,982	1,056	1,031	1,031	1,417
Densité ρ	7,150	8,593	8,494	8,520	8,435	8,365	8,459	8,445	8,438	8,364	9,263	8,458	8,360	8,412	8,319	8,374	8,394	9,401
Essai 2 ma (g)	8,488	8,351	8,257	8,561	8,477	8,228	8,51	8,438	8,38	8,24	8,523	8,488	8,17	8,267	8,784	8,634	8,656	13,324
ma – mf (g)	1,053	0,985	0,965	1,011	1,004	0,981	1,005	0,996	0,997	0,98	1,009	1,008	0,975	0,981	1,05	1,03	0,912	1,582
Densité ρ	8,061	8,478	8,556	8,468	8,443	8,387	8,468	8,472	8,405	8,408	8,447	8,421	8,379	8,427	8,366	8,383	9,491	8,422
Essai 3 ma (g)	8,489	8,348	8,254	8,557	8,476	8,229	8,509	8,439	8,379	8,24	8,521	8,489	8,167	8,268	8,782	8,635	8,655	13,322
ma – mf (g)	1,005	0,989	0,986	1,01	1,01	0,984	1,004	1,002	0,997	0,98	1,01	1,007	0,979	0,98	1,041	1,027	1,033	1,581
Densité ρ	8,447	8,441	8,371	8,472	8,392	8,363	8,475	8,422	8,404	8,408	8,437	8,430	8,342	8,437	8,436	8,408	8,379	8,426
Densité moyenne	7,886	8,504	8,474	8,487	8,423	8,372	8,467	8,446	8,416	8,394	8,716	8,436	8,361	8,425	8,374	8,388	8,755	8,750
Ecart type	0,544	0,065	0,077	0,024	0,022	0,011	0,006	0,020	0,016	0,021	0,387	0,016	0,015	0,010	0,048	0,014	0,521	0,460
Incertitude	0,628	0,075	0,089	0,027	0,026	0,013	0,007	0,023	0,018	0,024	0,447	0,018	0,018	0,012	0,056	0,017	0,602	0,532

Nous avons essayé de comparer les valeurs des densités trouvées par la méthode d'Archimède avec les valeurs des taux de porosités mesurées par analyse d'images. Ces valeurs sont présentées dans le Tableau A.2 et sous forme de graphiques Figure A.1. La représentation densité vs taux de porosité devrait faire apparaître une forte corrélation inverse.

Tableau A.2: Densités et taux de porosités des 14 petits cubes

	Densité par immersion	Taux de porosités par analyse d'images
Cube n°1	7,886	0,258
Cube n°2	8,504	0,174
Cube n°3	8,474	0,198
Cube n°4	8,487	0,07
Cube n°5	8,423	0,028
Cube n°6	8,372	1,403
Cube n°7	8,467	0,114
Cube n°8	8,446	0,165
Cube n°9	8,416	0,163
Cube n°10	8,394	0,222
Cube n°11	8,716	0,028
Cube n°12	8,436	0,042
Cube n°13	8,361	0,0859
Cube n°14	8,425	0,124

La Figure A.1.a fait apparaître un point jugé aberrant (cube 6) qui a été éliminé sur la Figure A.1.b. Le test statistique classique de validation d'une corrélation consiste à comparer la grandeur expérimentale $Z_{\text{exp}} = \sqrt{\frac{(n-2) \cdot R^2}{1-R^2}}$, où R^2 est le coefficient de détermination de la droite aux moindres carrés et n est le nombre de points de mesures ($n=13$), avec la valeur théorique $Z_{95\%}$, borne de l'intervalle $[-Z_{95\%}, Z_{95\%}]$ dans lequel se trouvent 95% des valeurs d'une variable aléatoire suivant une loi de Student à $(n-2)$ degrés de liberté. Dans le cas présent, Z_{exp} est égal 2,43 et $Z_{95\%}$ à 2,20 ce qui traduit -heureusement- une légère corrélation. Cependant on voit que La faible corrélation qui apparaît alors ne repose en fait que sur deux mesures extrêmes, et que les autres mesures présentent une très forte dispersion.



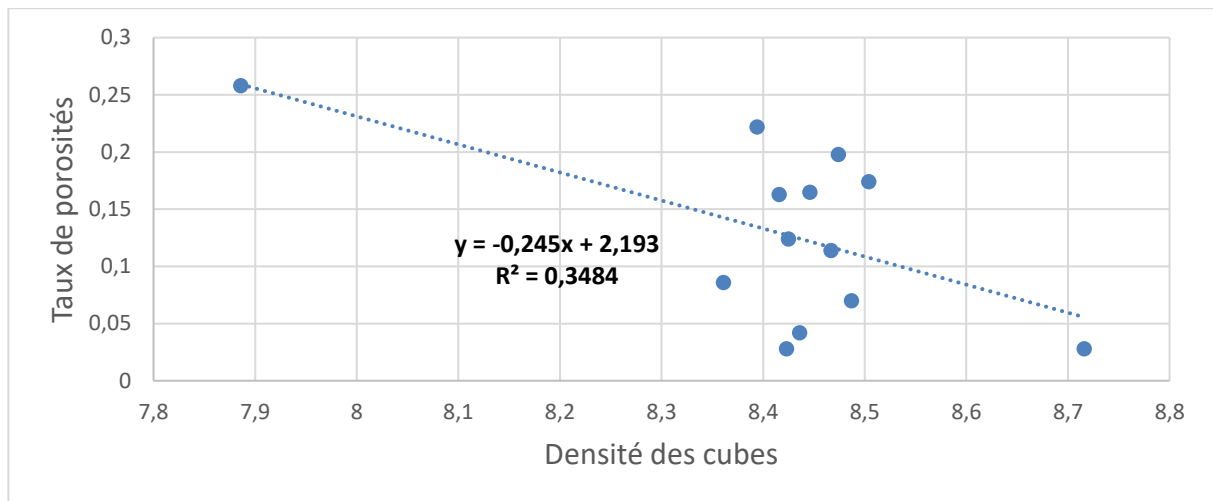


Figure A.1: a) Taux de porosités en fonction des densités des cubes (de 1 à 14) ; b) Même représentation dont on a omis la mesure le cube 6

Annexe B : Fusion/resolidification d'un alliage Inconel 718

L'étude présentée ici a été réalisée en début de thèse, en appont d'un projet de recherche¹ entre l'équipe Solidification de l'Institut Jean Lamour de Nancy (IJL ; M. Zaloznik) et l'équipe Traitements de Surfaces par laser du laboratoire Interdisciplinaire de Bourgogne (ICB) au Creusot (A. Mathieu). Ce projet était consacré à la modélisation de la solidification dendritique à l'aide d'un modèle développé à l'IJL. Les résultats des calculs (forme de la zone fondue, finesse de la microstructure, morphologie et orientation des grains) ont été comparés à des observations expérimentales faites sur des cordons de fusion par laser puis resolidification de l'alliage de nickel Inconel 718 (proche du 625). Notre contribution a consisté à caractériser ces cordons par MEB et EBSD.

On notera que les conditions de taille de spot, puissance et vitesse de déplacement du laser sont différentes de celles utilisées dans notre étude principale. Nous ne présenterons ici que les travaux résultats obtenus au LEM3. L'ensemble de la démarche et des résultats est présenté dans le rapport de stage de master de Yaasin MAYI : *Multiscale modelling of laser melting and solidification*, Cranfield University (2017).

Démarche expérimentale

Les expériences laser dédiées, réalisées à l'ICB, ont consisté en une série de cinq balayages linéaires d'une plaque d'Inconel 718 (Figure B.1) avec un laser dont la taille de spot était égale à 500 μm et la vitesse de déplacement égale à 0,05 m/s. Chaque balayage correspondait à des puissances laser différentes mais suffisantes pour fondre le métal. A noter que d'autres essais ont également été réalisés avec double passage et recouvrement du laser. Ils ne seront pas présentés ici.

Deux plans d'observation ont été choisis pour caractériser la microstructure et la texture cristalline des cordons après fusion puis resolidification :

- Observation dans le plan XY (perpendiculairement à la direction de déplacement du laser).
- Observation dans le plan YZ (parallèlement à la direction du laser).

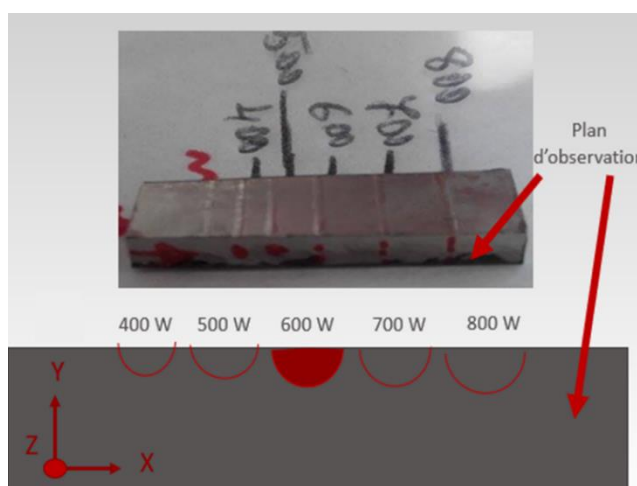


Figure B.1. Plaque d'Inconel 718 montrant les cinq passages du laser, de puissances 400W, 500W, 600W, 700W et 800W (le premier passage visible sur la photo n'a pas été étudié suite à une erreur de scan)

Préparation des échantillons

Les microstructures et microtextures des différents cordons ont été caractérisées au LEM3, selon des coupes transverses (plan XY) et longitudinales (plan XZ), par microscopie électronique à balayage et EBSD. Les conditions de préparation et d'observation des échantillons étaient similaires à celles présentées au Chap. II, à part une étape préalable de nickelage (dépôt d'une couche épaisse de nickel

¹ Ce projet était soutenu par l'Institut de Recherche Technologique Matériaux Métallurgie Procédés (IRT M2P)

pur) destinée à éviter un endommagement des bords des cordons au polissage. Pour cela, un mince film d'or a d'abord été déposé pour augmenter la conductivité électrique des échantillons, puis le nickelage a été réalisé par dépôt électrolytique, tel que schématisé Figure B.2. Le bain de Watts a la composition suivante :

- $\text{NiSO}_4, 7 \text{H}_2\text{O}$ 300 g.l⁻¹,
- $\text{NiCl}_2, 6 \text{H}_2\text{O}$ 60 g.l⁻¹,
- H_3BO_3 50 g.l⁻¹,
- Divers additifs tels que laurylsulfate de sodium 0,2 g.l⁻¹, coumarine 0,2 g.l⁻¹, saccharine 1 g.l⁻¹.

La cinétique de dépôt était environ de 20 $\mu\text{m} \cdot \text{h}^{-1}$ pour un courant de 20 mA.cm⁻² à 50°C.

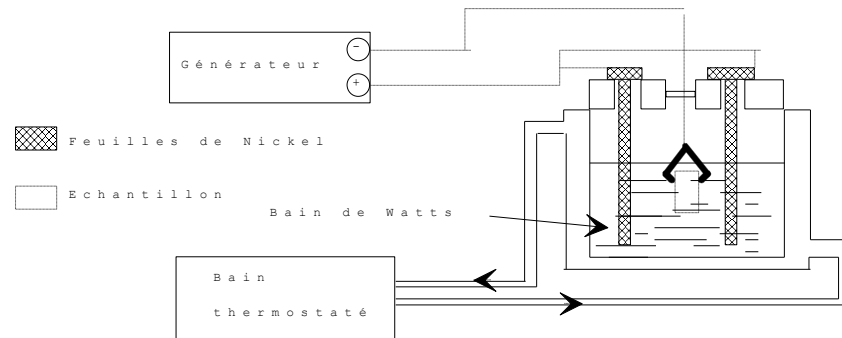


Figure B.2 : Montage utilisé pour le nickelage électrolytique

Principales observations

Forme et dimensions des cordons de fusion :

Tous les cordons de fusion observés étaient sains et sans porosité apparente. La Figure B.3 montre une observation par MEB d'une coupe transverse d'un de ces cordons (500W). Les différences de microstructures permettent de repérer la limite entre le métal initial et la partie ayant subi une fusion/resolidification (cordon de fusion). Pour toutes les puissances testées, les cordons étaient plus larges que profonds. La Figure B.4 reporte l'évolution de la demi-largeur et de la profondeur des cordons en fonction de la puissance du laser. On voit que l'augmentation de la puissance se traduit surtout par un élargissement du bain. Cette tendance a été reliée à l'effet Marangoni dans le rapport de Y. Mahi.

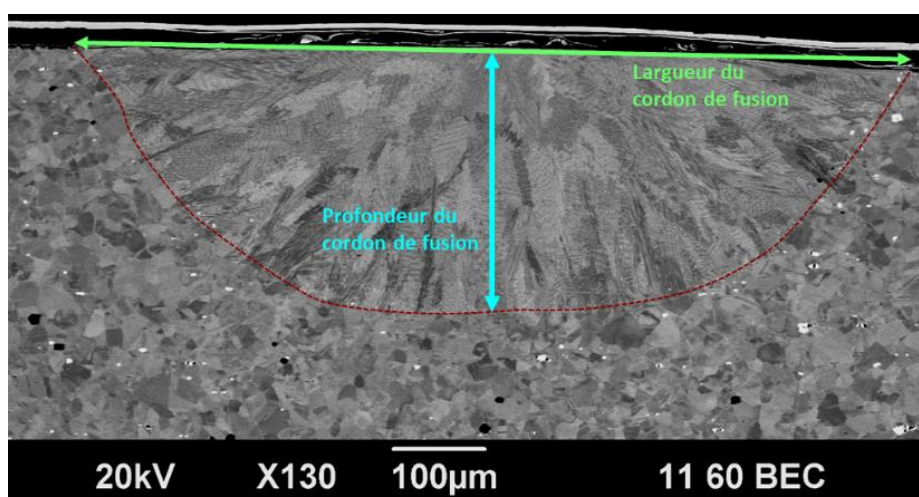


Figure B.3 : Coupe transverse d'un cordon de fusion réalisé avec une puissance laser de 500 W

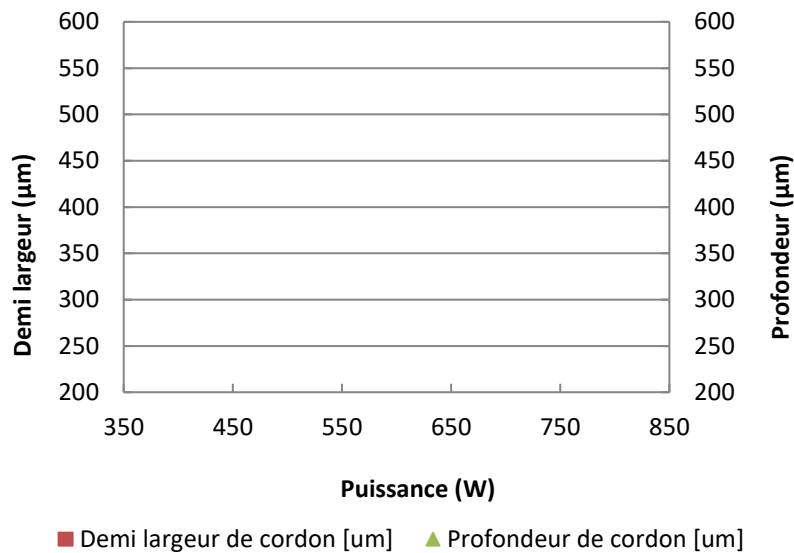


Figure B.4 : Evolution de la largeur et la profondeur des cordons de fusion en fonction de la puissance du laser

Microstructure de solidification :

La Figure B.5 illustre la microstructure du cordon de fusion observée à plus fort grossissement, avec un zoom sur une zone proche de l'interface métal de base / zone fondue. On observe une microstructure dendritique fine typique de la solidification. Comme discuté dans le texte principal du mémoire, le contraste de niveaux de gris est associé à de la microségrégation chimique, notamment à l'enrichissement en Nb des zones inter-dendritiques. En comparaison de la microstructure fine et plutôt cellulaire observée en fabrication additive, celle de la Fig. A.5 est plus grossière et clairement dendritique. Beaucoup de bras primaires ont une orientation proche de la direction du gradient thermique local (perpendiculaire à l'interface métal de base / zone fondue).

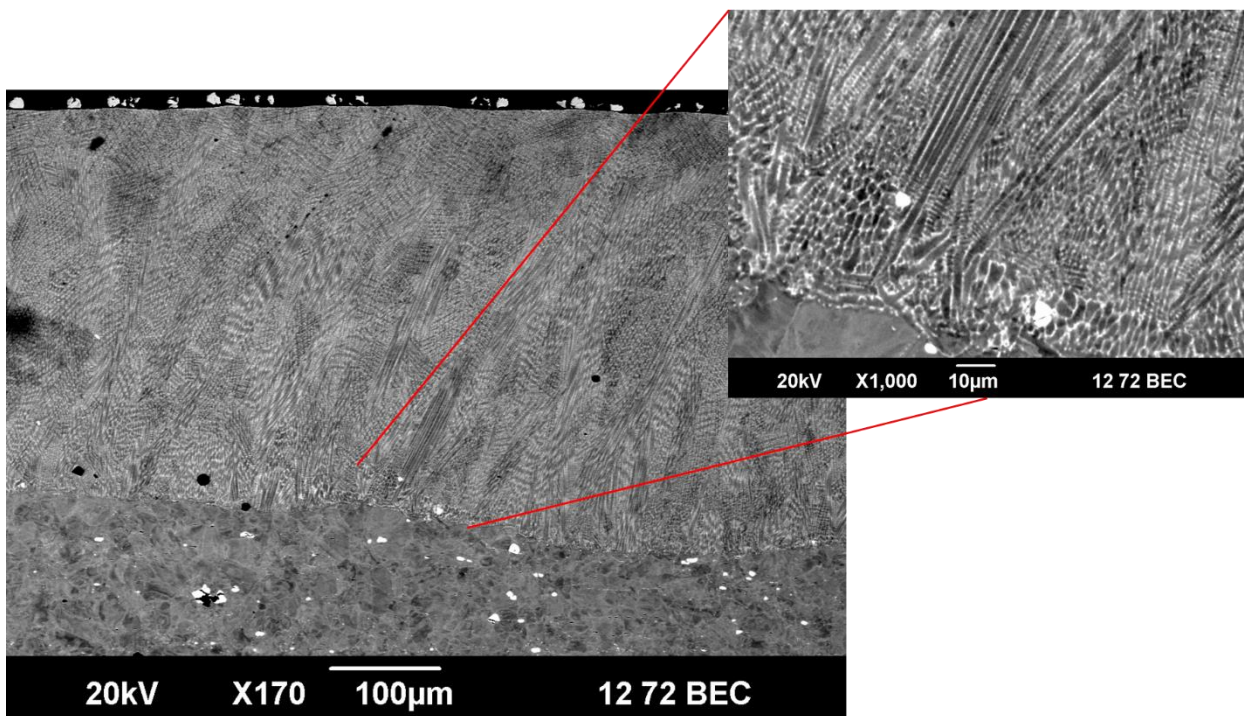


Figure B.5 : Vue longitudinale des structures de solidification dendritique au sein d'un bain de fusion réalisé par un laser de puissance de 800 W

Nous avons fait des mesures de la distance moyenne entre bras primaires (PDAS pour primary

dendrite arm spacing) et entre bras secondaires (SDAS) pour différentes puissances de laser. Ces résultats sont reportés dans le Tableau B.1. On voit que PDAS et SDAS augmentent, c'est-à-dire que la structure de solidification devient plus grossière, quand la puissance du laser augmente. Les modélisations thermiques effectuées pendant le stage de Y. Mahi ont permis d'estimer l'évolution du gradient thermique G au voisinage de l'interface liquide/solide ainsi que la vitesse de déplacement de cette interface V (vitesse de solidification), pour les différentes puissances de laser utilisée. La figure B.6 compare les valeurs de PDAS que nous avons mesurées avec celles prévues par différents modèles de solidification. Nos mesures sont plutôt en accord avec le modèle classique de Kurz et Fisher qui prédit que PDAS et SDAS sont respectivement proportionnels à $\frac{1}{G \cdot \sqrt{V}}$ et à $\sqrt[3]{\frac{\Delta T_S}{G \cdot V}}$, où ΔT_S est l'intervalle de solidification de l'alliage.

Tableau B.1 : Mesures expérimentales des distances entre bras dendritiques primaires (PDAS) et secondaires (SDAS) en fonction de la puissance du faisceau laser

Puissance Laser (W)	400	500	600
PDAS moyenne (μm)	1,0	1,3	1,6
PDAS écart-type (μm)	0,4	0,3	0,2
SDAS moyenne (μm)	0,7	0,8	1,1
SDAS écart-type (μm)	0,2	0,1	0,2

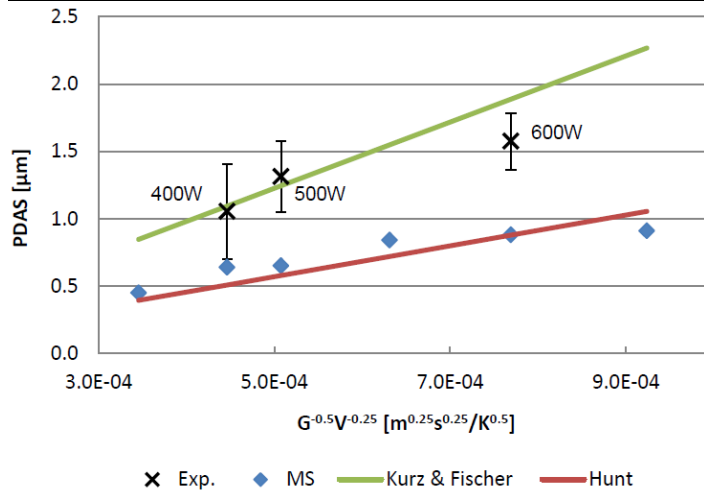


Figure B.6. Comparaison de nos mesures expérimentales de PDAS avec les prédictions de différents modèles de solidification (tirée du mémoire de stage de Y. Mahi)

Morphologie et orientation des grains :

Nous avons également réalisé des analyses EBSD des différents cordons de fusion. La Figure B.7 montre la cartographie d'orientations des différents grains d'une coupe transversale d'un cordon fondu sous une puissance de 400W. Elle illustre la microstructure typique observée après des opérations de soudage : un faisceau de grains allongés parallèlement au gradient de re-solidification et qui convergent donc vers le centre du cordon. Dans le cas des cordons analysés dans cette étude, nous n'avons pas mis en évidence de zone équiaxe en fin de solidification.

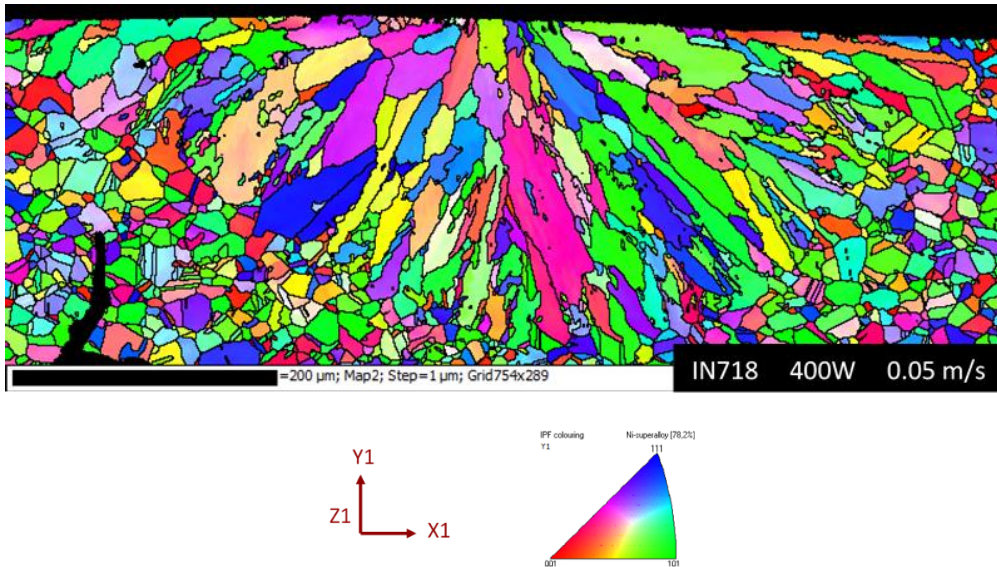


Figure B.7. Cartographie EBSD relative à une coupe d'un cordon de fusion sous un passage laser de puissance 400 W

La Figure A.8 compare -à un grandissement plus important- l'image électronique et la cartographie EBSD d'une même zone au voisinage de l'interface entre métal de base et cordon de fusion. A l'aide de la structure dendritique, il est facile de séparer les grains non-fondus des grains resolidifiés. Nos observations ont ainsi clairement montré que la plupart des grains resolidifiés germent en épitaxie sur les grains du métal de base. Ces derniers ne présentant pas d'orientation préférentielle, les premiers grains à se resolidifier ont donc *a priori* une texture aléatoire.

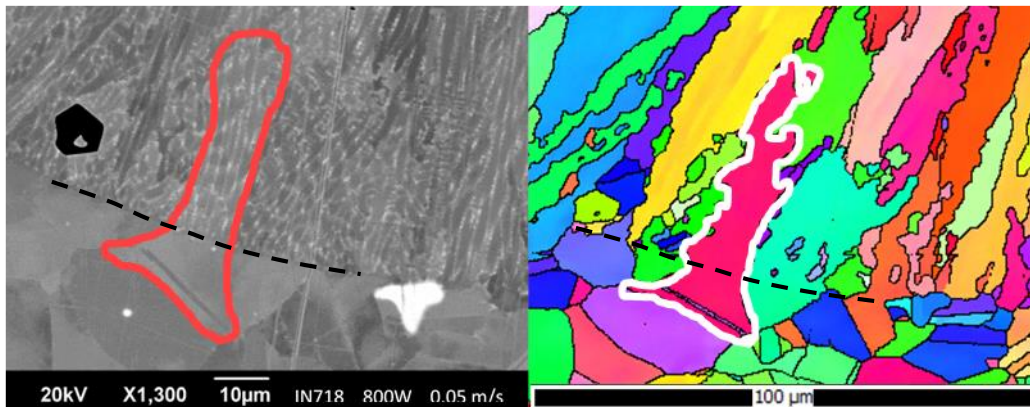


Figure B.8. Image BEC et cartographie EBSD de la même zone au voisinage de l'interface entre métal de base et zone resolidifiée

Nous n'avons pas mis en évidence de texture particulière sur l'ensemble des grains d'une coupe transverse d'un cordon de fusion, texture qui aurait marqué l'existence du mécanisme d'élimination progressive des grains dont l'orientation est la moins favorable à la croissance. La raison première en est que le nombre de grains observés est trop faible pour avoir une statistique suffisante. Cependant, on peut noter que les modélisations faites au cours du master de Y. Mahi suggèrent aussi que les dimensions du bain ne sont pas suffisantes pour que le mécanisme de sélection d'orientations soit effectif. On peut penser que ce sera également le cas pour les bains encore plus petits obtenus en fabrication additive. En conséquence, la sélection ne peut s'effectuer que dans le cas de fusions multi-passes. Ce point est discuté au Chapitre III : Caractérisation de la microstructure et la texture de SLM de ce mémoire.

Bibliographie

- [1] V.A. Popovich, E. V Borisov, A.A. Popovich, V.S. Su, D. V Masaylo, L. Alzina, Functionally graded Inconel 718 processed by additive manufacturing : Crystallographic texture , anisotropy of microstructure and mechanical properties, (2016). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.075>.
- [2] A. V. Müller, G. Schlick, R. Neu, C. Anstatt, T. Klimkait, J. Lee, B. Pascher, M. Schmitt, C. Seidel, Additive manufacturing of pure tungsten by means of selective laser beam melting with substrate preheating temperatures up to 1000 ° C, *Nucl. Mater. Energy*. 19 (2019) 184–188. <https://doi.org/10.1016/j.nme.2019.02.034>.
- [3] C. Margueray, L. Vollard, T. Breteau, F. Barbe, *Fabrication additive métallique : technologies et opportunités*, Rouen, 2015.
- [4] Additive Manufacturing Machines & Materials | GE Additive, (2021). <https://www.ge.com/additive/> (accessed January 17, 2020).
- [5] F. Laverne, D.P. Segonds, Frédéric, *Fabrication additive - Principes généraux*, Tech. l'Ingénieur. 33 (2018).
- [6] A. Makes, *Standardization Roadmap for Additive Manufacturing*, (2018).
- [7] L.E. Murr, S.M. Gaytan, D.A. Ramirez, E. Martinez, J. Hernandez, K.N. Amato, P.W. Shindo, F.R. Medina, R.B. Wicker, Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies, *J. Mater. Sci. Technol.* 28 (2012) 1–14. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(12\)60016-4](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(12)60016-4).
- [8] L.A. Verhoef, B.W. Budde, C. Chockalingam, B. García Nodar, A.J.M. van Wijk, The effect of additive manufacturing on global energy demand: An assessment using a bottom-up approach, *Energy Policy*. (2018). <https://doi.org/10.1016/j.enpol.2017.10.034>.
- [9] Z. Vizvary, B. Bourdel, A. Garcia-Carrasco, N. Lam, F. Leipold, R.A. Pitts, R. Reichle, V. Riccardo, M. Rubel, G. De Temmerman, V. Thompson, A. Widdowson, Engineering design and analysis of an ITER-like first mirror test assembly on JET, *Fusion Eng. Des.* 123 (2017) 1054–1057. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2016.12.016>.
- [10] V. Thompson, Y. Krivchenkov, V. Riccardo, Z. Vizvary, Analysis and design of the beryllium tiles for the JET ITER-like wall project, *Fusion Eng. Des.* 82 (2007) 1706–1712. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2007.05.022>.
- [11] Wohlers, *Additive manufacturing and 3D printing state of the industry, annual worldwide progress report*, 2014.
- [12] A. Doghri, *Vers une maîtrise de la réparation par le procédé CLAD de pièces aéronautiques en Inconel 738 LC : compréhension des mécanismes de fissuration et modélisations associées*, 2019.
- [13] M. Qian, W. Xu, M. Brandt, H.P. Tang, Additive manufacturing and postprocessing of Ti-6Al-4V for superior mechanical properties, *MRS Bull.* 41 (2016) 775–783. <https://doi.org/10.1557/mrs.2016.215>.
- [14] J.M. Waller, B.H. Parker, K.L. Hodges, E.R. Burke, J.L. Walker, *Nondestructive Evaluation of Additive Manufacturing State-of-the-Discipline Report*, 2014. <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.1227.9844>.
- [15] F. Laverne, F. Segonds, P. Dubois, *Additive manufacturing General principles*, Tech. l'Ingenieur. (2016) 19.
- [16] T. Bauer, K. Dawson, A.B. Spierings, K. Wegener, Microstructure and mechanical characterisation of SLM processed Haynes ® 230 ®, in: 2015: p. 10.
- [17] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina, Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, *Acta Mater.* 60 (2012) 2229–2239. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.032>.
- [18] A.-L. Rias, *créativité par et pour la fabrication additive : proposition d'une méthodologie outillée*, 2017.
- [19] A. Sola, A. Nouri, Microstructural porosity in additive manufacturing: The formation and detection of pores in metal parts fabricated by powder bed fusion, *J. Adv. Manuf. Process.* 1 (2019) 1–21. <https://doi.org/10.1002/amp2.10021>.
- [20] N. Kaufmann, M. Imran, T. Wischeropp, C. Emmelmann, S. Siddique, F. Walther, Influence of Process Parameters on the Quality of Aluminium Alloy EN AW 7075 Using Selective Laser Melting (SLM), *Phys. Procedia.* 83 (2016) 918–926. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.096>.
- [21] M. Tang, P.C. Pistorius, J.L. Beuth, Prediction of lack-of-fusion porosity for powder bed fusion, *Addit. Manuf.* 14 (2017) 39–48. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.12.001>.
- [22] M. Mazur, M. Benoit, M. Easton, M. Brandt, Selective laser melting of Inconel 625 alloy with reduced defect formation, *J. Laser Appl.* 32 (2020) 022058. <https://doi.org/10.2351/7.0000093>.
- [23] N.K. Tolochko, T. Laoui, Y. V Khlopkov, S.E. Mozzharov, V.I. Titov, M.B. Ignatiev, Absorptance of powder materials suitable for laser sintering, *Rapid Prototyp. J.* 6 (2000) 155–160.

<https://doi.org/10.1108/13552540010337029>.

- [24] G.E. Bean, D.B. Witkin, T.D. McLouth, D.N. Patel, R.J. Zaldivar, Effect of laser focus shift on surface quality and density of Inconel 718 parts produced via selective laser melting, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.04.024>.
- [25] T.D. McLouth, G.E. Bean, D.B. Witkin, S.D. Sitzman, P.M. Adams, D.N. Patel, W. Park, J.M. Yang, R.J. Zaldivar, The effect of laser focus shift on microstructural variation of Inconel 718 produced by selective laser melting, *Mater. Des.* 149 (2018) 205–213. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.04.019>.
- [26] C. Montgomery, J. Beuth, L. Sheridan, N. Klingbeil, Process Mapping of Inconel 625 in Laser Powder Bed Additive Manufacturing, (2015).
- [27] O. Andreau, E. Pessard, I. Koutiri, J.D. Penot, C. Dupuy, N. Saintier, P. Peyre, A competition between the contour and hatching zones on the high cycle fatigue behaviour of a 316L stainless steel: Analyzed using X-ray computed tomography, *Mater. Sci. Eng. A.* 757 (2019) 146–159. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.101>.
- [28] J. Metelkova, Y. Kinds, K. Kempen, C. de Formanoir, A. Witvrouw, B. Van Hooreweder, On the influence of laser defocusing in Selective Laser Melting of 316L, *Addit. Manuf.* 23 (2018) 161–169. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.08.006>.
- [29] J. Jhabvala, E. Boillat, T. Antignac, R. Glardon, On the effect of scanning strategies in the selective laser melting process, *Virtual Phys. Prototyp.* 5 (2010) 99–109. <https://doi.org/10.1080/17452751003688368>.
- [30] M. Masoomi, S.M. Thompson, N. Shamsaei, Quality part production via multi-laser additive manufacturing, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.mfglet.2017.05.003>.
- [31] M. Fischer, D. Joguet, G. Robin, L. Peltier, P. Laheurte, In situ elaboration of a binary Ti-26Nb alloy by selective laser melting of elemental titanium and niobium mixed powders, *Mater. Sci. Eng. C.* 62 (2016) 852–859. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.02.033>.
- [32] Y. MILLET, Fabrication de poudres métalliques par la méthode PREP® par Yvon MILLET, 2015. <http://www.timet.com> (accessed January 31, 2020).
- [33] Aubert et Duval, Gas Atomization Pearl@Micro metal powders, 2019. <https://youtu.be/zCNWNsZOcaE?list=PLIslyvM81k0Aq6qo61mQMvgeGFH6rDrFz>.
- [34] S.I. Ranganathan, M. Ostoja-Starzewski, Universal elastic anisotropy index, *Phys. Rev. Lett.* 101 (2008) 3–6. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.101.055504>.
- [35] W.C.H. C.T. Sims, N.S. Stoloff, *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*, Wiley–Blac, 1987.
- [36] Special Metals-High Performance Alloys Literature, (2018). <https://www.specialmetals.com/tech-center/alloys.html>.
- [37] deutsche-nickel_nicke chrome alloys high performance, (2019). https://www.deutsche-nickel.de/en/products/bar/nickel-chrome-alloy-high-performance-alloy-bars/?gclid=CjwKCAiAgqDxBRBTEiwA59eEN3v5fEEaJKmY4FNrN9jEmbjxaE1y_tuCQ1xNCxQCe_3amWpOF6wxMhoCfl8QAvD_BwE.
- [38] CES, Nickel-chromium alloy, INCONEL 625, annealed, 2016.
- [39] H.L. Eiselstein, D.J. Tillack, The Invention and Definition of Alloy 625, (2012) 1–14. https://doi.org/10.7449/1991/superalloys_1991_1_14.
- [40] S.M. Corporation, Inconel Alloy 625, *Www.Specialmetals.Com.* 625 (2013) 1–28. <https://doi.org/SMC-066>.
- [41] J. Huebner, D. Kata, J. Kusi, P. Rutkowski, J. Lis, Microstructure of laser clad carbide reinforced Inconel 625 alloy for turbine blade application, 43 (2017) 8677–8684. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.03.194>.
- [42] P. Houille, Résistance à la corrosion aqueuse des alliages de nickel, 2019.
- [43] S. Floreen, G.E. Fuchs, W.J. Yang, *The Metallurgy of Alloy 625*, 1994.
- [44] S. Li, Q. Wei, Y. Shi, C.K. Chua, Z. Zhu, D. Zhang, Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting E., *J. Mater. Sci. Technol.* 31 (2015) 946–952. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2014.09.020>.
- [45] L.M. Suave, J. Cormier, P. Villechaise, A. Soula, Z. Hervier, D. Bertheau, J. Laigo, Microstructural evolutions during thermal aging of alloy 625: Impact of temperature and forming process, 2014. <https://doi.org/10.1007/s11661-014-2256-7>.

- [46] R.M. Nunes, D. Pereira, T. Clarke, T.K. Hirsch, Delta Phase Characterization in Inconel 718 Alloys Through X-ray Diffraction, *ISIJ Int.* 55 (2015) 2450–2454. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-111>.
- [47] C. Li, R. White, X.Y. Fang, M. Weaver, Y.B. Guo, Microstructure evolution characteristics of Inconel 625 alloy from selective laser melting to heat treatment, *Mater. Sci. Eng. A.* 705 (2017) 20–31. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.058>.
- [48] G.P. Dinda, A.K. Dasgupta, J. Mazumder, Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability, *Mater. Sci. Eng. A.* 509 (2009) 98–104. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.01.009>.
- [49] C.P. Paul, P. Ganesh, S.K. Mishra, P. Bhargava, J. Negi, A.K. Nath, Investigating laser rapid manufacturing for Inconel-625 components, *Opt. Laser Technol.* 39 (2007) 800–805. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2006.01.008>.
- [50] H.E. Julia Kundin, Leslie Mushongera, Phase-field modeling of microstructure formation during rapid solidification in Inconel 718 superalloy Julia, *Acta Mater.* 95 (2015) 343–356. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.12.012>.
- [51] Y. Idell, L.E. Levine, A.J. Allen, F. Zhang, C.E. Campbell, G.B. Olson, J. Gong, D.R. Snyder, H.Z. Deutchman, Unexpected δ -Phase Formation in Additive-Manufactured Ni-Based Superalloy, *JOM.* 68 (2016) 950–959. <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1772-2>.
- [52] K. Inaekyan, A. Kreitchberg, S. Turenne, V. Brailovski, Microstructure and mechanical properties of laser powder bed-fused IN625 alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 768 (2019) 138481. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138481>.
- [53] J. Nguejio, F. Szmytka, S. Hallais, A. Tanguy, S. Nardone, M. Godino Martinez, Comparison of microstructure features and mechanical properties for additive manufactured and wrought nickel alloys 625, *Mater. Sci. Eng. A.* 764 (2019). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138214>.
- [54] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S. Collins, F. Medina, Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, *Acta Mater.* (2012) 2229–2239. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.12.032>.
- [55] E. Chlebus, K. Gruber, B. Kuźnicka, J. Kurzac, T. Kurzynowski, Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 639 (2015) 647–655. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.035>.
- [56] O. Andreau, I. Koutiri, P. Peyre, J. 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. Tech.* 264 (2019) 21–31. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049>.
- [57] P.L. Blackwell, The mechanical and microstructural characteristics of laser-deposited IN718, *J. Mater. Process. Technol.* 170 (2005) 240–246. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.05.005>.
- [58] Z. Wang, K. Guan, M. Gao, X. Li, X. Chen, X. Zeng, The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting, *J. Alloys Compd.* (2012). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.10.107>.
- [59] E. Chlebus, K. Gruber, B. Kuźnicka, J. Kurzac, T. Kurzynowski, Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Inconel 718 processed by selective laser melting, *Mater. Sci. Eng. A.* 639 (2015) 647–655. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.05.035>.
- [60] Y.L. Hu, X. Lin, X.F. Lu, S.Y. Zhang, H.O. Yang, L. Wei, W.D. Huang, Evolution of solidification microstructure and dynamic recrystallisation of Inconel 625 during laser solid forming process, *J. Mater. Sci.* 53 (2018) 15650–15666. <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2701-x>.
- [61] L.L. Parimi, G. Ravi, D. Clark, M.M. Attallah, Microstructural and texture development in direct laser fabricated IN718, *Mater. Charact.* 89 (2014) 102–111. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.12.012>.
- [62] 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. Tech.* 214 (2014) 2915–2925. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005>.
- [63] T. Bauer, K. Dawson, A.B. Spierings, K. Wegener, Microstructure and mechanical characterisation of SLM processed Haynes ® 230 ®, in: 2015: p. 10.
- [64] R. Cunningham, S.P. Narra, C. Montgomery, J. Beuth, A.D. Rollett, Synchrotron-Based X-ray Microtomography Characterization of the Effect of Processing Variables on Porosity Formation in Laser Power-Bed Additive Manufacturing of Ti-6Al-4V, *JOM.* 69 (2017) 479–484. <https://doi.org/10.1007/s11837-016-2234-1>.
- [65] H. Choo, K.L. Sham, J. Bohling, A. Ngo, X. Xiao, Y. Ren, P.J. Depond, M.J. Matthews, E. Garlea, Effect of laser

power on defect, texture, and microstructure of a laser powder bed fusion processed 316L stainless steel, *Mater. Des.* 164 (2019) 107534. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.12.006>.

- [66] C.J. Montgomery, B.S.M. Engineering, M.S.M. Engineering, The Effect of Alloys , Powder , and Overhanging Geometries in Laser Powder Bed Additive Manufacturing, (2017).
- [67] J. Hao Tan, W. Leong, E. Wong, K.W. Dalgarno, An overview of powder granulometry on feedstock and part performance in the selective laser melting process, *Addit. Manuf.* 18 (2017) 228–255. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.10.011>.
- [68] C. Pleass, S. Jothi, Influence of powder characteristics and additive manufacturing process parameters on the microstructure and mechanical behaviour of Inconel 625 fabricated by Selective Laser Melting, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.09.023>.
- [69] 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. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.071>.
- [70] H. Gong, H. Gu, K. Zeng, J.J.S. Dilip, D. Pal, B. Stucker, D. Christiansen, J. Beuth, J.J. Lewandowski, Melt Pool Characterization for Selective Laser Melting of Ti-6Al-4V Pre-alloyed Powder, in: 25th Annu. Int. Solid Free. Fabr. Symp., 2014: p. 12.
- [71] M. Yakout, M.A. Elbestawi, S.C. Veldhuis, Density and mechanical properties in selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L, (2018). <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.11.006>.
- [72] A.A. Martin, N.P. Calta, S.A. Khairallah, J. Wang, P.J. Depond, A.Y. Fong, V. Thampy, G.M. Guss, A.M. Kiss, K.H. Stone, C.J. Tassone, J. Nelson Weker, M.F. Toney, T. van Buuren, M.J. Matthews, Dynamics of pore formation during laser powder bed fusion additive manufacturing, *Nat. Commun.* 10 (2019) 10. <https://doi.org/10.1038/s41467-019-10009-2>.
- [73] R.R. Dehoff, M. Kirka, W.J. Sames, H. Bilheux, A.S. Tremsin, L.E. Lowe, S.S. Babu, Site specific control of crystallographic grain orientation through electron beam additive manufacturing, *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, 31 (2015) 931–938. <https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000734>.
- [74] 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. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.06.172>.
- [75] W.F.D.J. Kurz, *Fundamentals of Solidification*, 1986.
- [76] J.A. Dantzig, M. Rappaz, *Solidification*, EPFL Press, 2009.
- [77] 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. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.01.096>.
- [78] S. Bremen, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Correlation of the High Power SLM Process with Resulting Material Properties for IN718, *BHM Berg- Und Hüttenmännische Monatshefte.* 162 (2017) 179–187. <https://doi.org/10.1007/s00501-017-0589-4>.
- [79] 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. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.08.028>.
- [80] M. Higashi, T. Ozaki, Selective laser melting of pure molybdenum: Evolution of defect and crystallographic texture with process parameters, *Mater. Des.* 191 (2020) 108588. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108588>.
- [81] M. Sun, S ; Brandt, M ; Easton, 2 - Powder bed fusion processes: An overview, in: E. Ltd (Ed.), *Laser Addit. Manuf.*, Woodhead P, 2017: pp. 55–77. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100433-3.00002-6>.
- [82] F. Geiger, K. Kunze, T. Etter, Tailoring the texture of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) by specific scanning strategies, *Mater. Sci. Eng. A.* 661 (2016) 240–246. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.03.036>.
- [83] J.A. Pakkanen, *Designing for Additive Manufacturing-Product and Process Driven Design for Metals and Polymers*, 2018. <https://doi.org/10.6092/polito/porto/2714732>.
- [84] 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, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.11.060>.
- [85] B. Malard, *Habilitation à Diriger les Recherches*, Université de Toulouse, 2021.
- [86] 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. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.06.172>.

- [87] Y. Wang, J. Shi, Developing very strong texture in a nickel-based superalloy by selective laser melting with an ultra-high power and flat-top laser beam, *Mater. Charact.* 165 (2020) 110372. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110372>.
- [88] J. Dumont-Fillon, *Contrôle non destructif*, 1996.
- [89] C. Gueudré, C. Gilles, *Le contrôle non destructif et la contrôlabilité des matériaux et structures*, 2016.
- [90] L. DE ROUMILLY, Introduction à la technique ultrasonore multiéléments, *Tech. l'ingénieur.* 33 (2012) 3790.
- [91] D. Cerniglia, M. Scafidi, A. Pantano, J. Rudlin, Inspection of additive-manufactured layered components, *Ultrasonics.* 62 (2015) 292–298. <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2015.06.001>.
- [92] C. Millon, Contribution à l'inspection d'échantillons de fabrication additive métallique par ondes de Rayleigh au moyen d'une méthode ultrasons-laser, 2018.
- [93] J.-P. Lefebvre, P. Lasaygue, C. Potel, J.-F. De Belleval, P. Gatignol, *L'acoustique ultrasonore et ses applications*, 1ère partie, 2004.
- [94] M.-A. Ploix, Etude de l'atténuation des ondes ultrasonores. application au contrôle non destructif des soudures d'acier inoxydable austénitique, 2006. <https://hal.archives-ouvertes.fr/tel-01303456/document> (accessed May 4, 2018).
- [95] J.L. Bouchardon, Cours de géosismique de l'ENSMSE, (2015). <https://www.emse.fr/~bouchardon/index.htm>.
- [96] T. Camille, Détection de défauts en milieu fortement diffusant par utilisation de capteurs multiéléments et filtrage de la diffusion multiple, 2018. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.15207.14240>.
- [97] Olympus NDT, *Phased Array Testing: Basic Theory for Industrial Applications*, 2010.
- [98] Extende, (2021). <https://www.extende.com/ultrasonic-testing-with-civa>.
- [99] B. A. Auld, *Acoustic Fields and Waves in Solids*, 1973.
- [100] E. Dieulesain, D. Royer, *Ondes élastiques dans les solides : application au traitement du signal*, 1974.
- [101] D. Royer, E. DIEULESAINT, Acoustique Propagation dans un solide, *Tech. l'Ingenieur.* (2001) 19. <http://www.techniques-ingenieur.fr/bases-doc.univ-lorraine.fr/res/pdf/encyclopedia/42522210-af3814.pdf> (accessed April 7, 2017).
- [102] C. Aristégui, S. Baste, Optimal recovery of the elasticity tensor of general anisotropic materials from ultrasonic velocity data, *J. Acoust. Soc. Am.* 101 (1997) 813–833. <https://doi.org/10.1121/1.418040>.
- [103] B. Pape Arago, Propagation des ultrasons en milieu hétérogène et anisotrope : application à l'évaluation des propriétés d'élasticité et d'atténuation d'aciers moules par centrifugation et de soudures en Inconel, 2012. <http://theses.insa-lyon.fr/publication/2011ISAL0024/these.pdf> (accessed September 1, 2020).
- [104] W.C. Van Buskirk, S.C. Cowin, R.N. Ward, Ultrasonic measurement of orthotropic elastic constants of bovine femoral bone, *J. Biomech. Eng.* 103 (1981) 67–72. <https://doi.org/10.1115/1.3138262>.
- [105] H. Ledbetter, A. Migliori, Elastic-constant systematics in f.c.c. metals, including lanthanides-actinides, *Phys. Status Solidi Basic Res.* 245 (2008) 44–49. <https://doi.org/10.1002/pssb.200743075>.
- [106] SLM solutions, (2020). <https://www.slm-solutions.com/en/products/machines/slm500/>.
- [107] C.A. Schneider, W.S. Rasband, K.W. Eliceiri, NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis, *Nat. Methods.* 9 (2012) 671–675. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>.
- [108] GE Additive: Porosity in Metal Additive Manufacturing, (2021). <https://www.ge.com/additive/blog/get-facts-porosity-metal-additive-manufacturing>.
- [109] L. GERMAIN, Contribution à l'étude des hétérogénéités de texture des billettes d'IMI 834, 2005. <http://docnum.univ-lorraine.fr/public/UPV-M/Theses/2005/Germain.Lionel.SMZ0518.pdf> (accessed July 5, 2019).
- [110] B. Beausir and J.-J. Fundenberger, ATEX, (2017). www.atex-software.eu.
- [111] D.G. für M. Hans Joachim Bunge, C. Esling, *Quantitative Texture Analysis*, réimprimée, 1986.
- [112] P.G. Jean-Pierre LEFEBVRE(1), Philippe LASAYGUE(1), Catherine POTEL(2), Jean-François de BELLEVAL(3), *L'acoustique ultrasonore et ses applications*, 1ère partie, 2004.

- [113] Definition of A-scan, B-scan and C-scan, (2019). <https://www.cyril-ravat.fr/memoire/memoirese11.html>.
- [114] X. Wang, K. Chou, Effects of thermal cycles on the microstructure evolution of Inconel 718 during selective laser melting process, *Addit. Manuf.* 18 (2017) 1–14. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.08.016>.
- [115] Y.L. Hu, X. Lin, X.B. Yu, J.J. Xu, M. Lei, W.D. Huang, Effect of Ti addition on cracking and microhardness of Inconel 625 during the laser solid forming processing, *J. Alloys Compd.* 711 (2017) 267–277. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.03.355>.
- [116] K. Amato, J. Hernandez, L.E. Murr, E. Martinez, S.M. Gaytan, P.W. Shindo, Comparison of Microstructures and Properties for a Ni-Base Superalloy (Alloy 625) Fabricated by Electron Beam Melting, *J. Mater. Sci. Res.* 1 (2012) 39. <https://doi.org/10.5539/jmsr.v1n2p3>.
- [117] M. Bayat, A. Thanki, S. Mohanty, A. Witvrouw, S. Yang, J. Thorborg, N.S. Tiedje, J.H. Hattel, Keyhole-induced porosities in Laser-based Powder Bed Fusion (L-PBF) of Ti6Al4V: High-fidelity modelling and experimental validation, *Addit. Manuf.* 30 (2019) 100835. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.100835>.
- [118] T.A. McFalls, The effect of hydrogen on gas porosity in Laser Powder Bed Fusion of AlSi10Mg, 2018. https://trace.tennessee.edu/utk_gradthes/5174/%0Ahttps://drive.google.com/open?id=1CVmc5iyccMhM7gS9HXJ70Tu9dwx9MdXF.
- [119] L. Sheridan, O.E. Scott-Emuakpor, T. George, J.E. Gockel, Relating porosity to fatigue failure in additively manufactured alloy 718, *Mater. Sci. Eng. A.* 727 (2018) 170–176. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.04.075>.
- [120] A. Leicht, U. Klement, E. Hryha, Effect of build geometry on the microstructural development of 316L parts produced by additive manufacturing, *Mater. Charact.* (2018) 1–0. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.04.040>.
- [121] A.A. Antonysamy, J. Meyer, P.B. Prangnell, Effect of build geometry on the β -grain structure and texture in additive manufacture of Ti6Al4V by selective electron beam melting, *Mater. Charact.* 84 (2013) 153–168. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.07.012>.
- [122] M. Rappaz, S.A. David, J.M. Vitek, L.A. Boatner, Analysis of solidification microstructures in Fe-Ni-Cr single-crystal welds, *Metall. Trans. A.* 21 (1990) 1767–1782. <https://doi.org/10.1007/BF02672593>.
- [123] M. Rappaz, S.A. David, J.M. Vitek, L.A. Boatner, Development of microstructures in Fe-15Ni-15Cr single crystal electron beam welds, *Metall. Trans. A.* 20 (1989) 1125–1138. <https://doi.org/10.1007/BF02650147>.
- [124] J.G. Pauza, W.A. Tayon, A.D. Rollett, Computer simulation of microstructure development in powder-bed additive manufacturing with crystallographic texture, *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 29 (2021). <https://doi.org/10.1088/1361-651X/ac03a6>.
- [125] 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. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2017.05.005>.
- [126] E.J. Lieberman, A.D. Rollett, R.A. Lebensohn, E.M. Kober, Calculation of grain boundary normals directly from 3D microstructure images, *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 23 (2015). <https://doi.org/10.1088/0965-0393/23/3/035005>.
- [127] S.I. Wright, M.M. Nowell, D.P. Field, A review of strain analysis using electron backscatter diffraction, *Microsc. Microanal.* 17 (2011) 316–329. <https://doi.org/10.1017/S1431927611000055>.
- [128] P.J. Konijnenberg, S. Zaeferrer, D. Raabe, Assessment of geometrically necessary dislocation levels derived by 3D EBSD, *Acta Mater.* 99 (2015) 402–414. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.06.051>.
- [129] G. Suprobo, A.A. Ammar, N. Park, E.R. Baek, S. Kim, Thermal Decomposition of Massive Phase to Fine Lamellar α/β in Ti-6Al-4V Additively Manufactured Alloy by Directed Energy Deposition, *Met. Mater. Int.* 25 (2019) 1428–1435. <https://doi.org/10.1007/s12540-019-00304-4>.
- [130] E.A. Lass, M.R. Stoudt, M.E. Williams, M.B. Katz, L.E. Levine, T.Q. Phan, T.H. Gnaeupel-Herold, D.S. Ng, Formation of the Ni3Nb δ -Phase in Stress-Relieved Inconel 625 Produced via Laser Powder-Bed Fusion Additive Manufacturing, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 48 (2017) 5547–5558. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4304-6>.
- [131] G. Lindwall, C.E. Campbell, E.A. Lass, F. Zhang, M.R. Stoudt, A.J. Allen, L.E. Levine, Simulation of TTT Curves for Additively Manufactured Inconel 625, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 50 (2019) 457–467. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4959-7>.
- [132] M. Ternier, J. Lee, G. Marchese, S. Biamino, H.U. Hong, Electron backscattered diffraction to estimate residual stress levels of a superalloy produced by laser powder bed fusion and subsequent heat treatments, *Materials (Basel)*. 13 (2020) 1–18. <https://doi.org/10.3390/ma13204643>.
- [133] M.R. Stoudt, E.A. Lass, D.S. Ng, M.E. Williams, F. Zhang, C.E. Campbell, G. Lindwall, L.E. Levine, The

Influence of Annealing Temperature and Time on the Formation of δ -Phase in Additively-Manufactured Inconel 625, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 49 (2018) 3028–3037. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4643-y>.

- [134] M. Kamaya, Assessment of local deformation using EBSD: Quantification of accuracy of measurement and definition of local gradient, *Ultramicroscopy*. 111 (2011) 1189–1199. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.02.004>.
- [135] 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, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.05.042>.
- [136] A. Ladewig, G. Schlick, M. Fisser, V. Schulze, U. Glatzel, Influence of the shielding gas flow on the removal of process by-products in the selective laser melting process, *Addit. Manuf.* 10 (2016) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.01.004>.
- [137] A. Ladewig, G. Schlick, M. Fisser, V. Schulze, U. Glatzel, Influence of the shielding gas flow on the removal of process by-products in the selective laser melting process, *Addit. Manuf.* (2016). <https://doi.org/10.1016/j.addma.2016.01.004>.
- [138] B. Ferrar, L. Mullen, E. Jones, R. Stamp, C.J. Sutcliffe, Gas flow effects on selective laser melting (SLM) manufacturing performance, *J. Mater. Process. Technol.* 212 (2012) 355–364. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.09.020>.
- [139] B. Almangour, D. Grzesiak, J.-M. Yang, Scanning strategies for texture and anisotropy tailoring during selective laser melting of TiC/316L stainless steel nanocomposites, *J. Alloys Compd.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.022>.
- [140] R. Rashid, S.H. Masood, D. Ruan, S. Palanisamy, R.A. Rahman Rashid, M. Brandt, Effect of scan strategy on density and metallurgical properties of 17-4PH parts printed by Selective Laser Melting (SLM), *J. Mater. Process. Technol.* 249 (2017) 502–511. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.06.023>.
- [141] T. Bhardwaj, M. Shukla, Effect of laser scanning strategies on texture, physical and mechanical properties of laser sintered maraging steel, *Mater. Sci. Eng. A.* (2018). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.089>.
- [142] D.G. W. Himes, *Probabilités et statistique pour ingénieurs (3ème édition)*, 3e édition, 2017.
- [143] J.M. G.P. Dinda, A.K. Dasguptaa, Texture control during laser deposition of nickel-based superalloy, *Scr. Mater.* 67 (2012) 503–506. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.12.012>.
- [144] J. Ciurana, L. Hernandez, J. Delgado, Energy density analysis on single tracks formed by selective laser melting with CoCrMo powder material, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 68 (2013) 1103–1110. <https://doi.org/10.1007/s00170-013-4902-4>.
- [145] J.H. Kurz, A. Jüngert, S. Dugan, G. Dobmann, Probability of Detection (POD) determination using ultrasound phased array for considering NDT in probabilistic damage assessments, in: *18th World Conf. Nondestruct. Test.*, 2012.
- [146] M. Budimir, A. Mohimi, C. Selcuk, T.-H. Gan, High Temperature NDE Ultrasound Transducers for Condition Monitoring of Superheated Steam Pipes in Nuclear Power Plants, in: 2011.
- [147] CIVA, (2019). <http://www.extende.com/nuclear-energy>.
- [148] D. Cerniglia, M. Scafidi, A. Pantano, J. Rudlin, Inspection of additive-manufactured layered components., *Ultrasonics*. 62 (2015) 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2015.06.001>.
- [149] A.W. Ganczarski, H. Egner, J.J. Skrzypek, *Introduction to Mechanics of Anisotropic Materials*, 2015. https://doi.org/10.1007/978-3-319-17160-9_1.
- [150] Woldemar Voigt, *Lehrbuch der kristallphysik (mit ausschluss der kristalloptik)*, 1928.
- [151] A. Reuss, Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle., *ZAMM - J. Appl. Math. Mech. / Zeitschrift Für Angew. Math. Und Mech.* 9 (1929) 49–58. <https://doi.org/10.1002/zamm.19290090104>.
- [152] R. Hill, The elastic behaviour of a crystalline aggregate, *Proc. Phys. Soc. Sect. A.* 65 (1952) 349–354. <https://doi.org/10.1088/0370-1298/65/5/307>.
- [153] C.M. Kube, J.A. Turner, Voigt, Reuss, Hill, and self-consistent techniques for modeling ultrasonic scattering, in: *AIP Conf. Proc.*, 2015: pp. 926–934. <https://doi.org/10.1063/1.4914698>.
- [154] Z. Wang, A.D. Stoica, D. Ma, A.M. Beese, Diffraction and single-crystal elastic constants of Inconel 625 at room

and elevated temperatures determined by neutron diffraction, (2016). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.08.010>.

- [155] T.M. Holden, R.A. Holt, A.P. Clarke, Intergranular strains in Inconel-600 and the impact on interpreting stress fields in bent steam-generator tubing, *Mater. Sci. Eng. A246*. (1998) 180–198. http://ac.els-cdn.com/bases-doc.univ-lorraine.fr/S0921509397007326/1-s2.0-S0921509397007326-main.pdf?_tid=f5238062-268b-11e7-9483-00000aab0f6b&acdnt=1492777001_e3db9edf62f9a77ff45fee594ad8fc58 (accessed April 21, 2017).
- [156] C. Zener, Contributions to the theory of beta-phase alloys, *Phys. Rev.* 71 (1947) 846–851. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.71.846>.
- [157] C. Baron, M. Talmant, P. Laugier, Effect of porosity on effective diagonal stiffness coefficients (cii) and elastic anisotropy of cortical bone at 1MHz: A finite-difference time domain study, *J. Acoust. Soc. Am.* 122 (2007) 1810–1817. <https://doi.org/10.1121/1.2759165>.
- [158] Q. Jia, D. Gu, Selective laser melting additive manufactured Inconel 718 superalloy parts: High-temperature oxidation property and its mechanisms, *Opt. Laser Technol.* 62 (2014) 161–171. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2014.03.008>.
- [159] R.P. Journal, A.B. Spierings, A.B. Spierings, Comparison of Density Measurement Techniques for Additive Manufactured Metallic Parts, (2014). <https://doi.org/10.1108/13552541111156504>.