



Influence de la microstructure obtenue par procédé de fabrication additive SLM sur le comportement mécanique de revêtements base cobalt

Tarek Younsi

► To cite this version:

Tarek Younsi. Influence de la microstructure obtenue par procédé de fabrication additive SLM sur le comportement mécanique de revêtements base cobalt. Matériaux. Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2022. Français. NNT : 2022EMAC0011 . tel-03867512

HAL Id: tel-03867512

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-03867512>

Submitted on 23 Nov 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.



THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

délivré par

IMT – École Nationale Supérieure des Mines d'Albi-Carmaux

présentée et soutenue par

Tarek YOUNSI

le 17 mars 2022

Titre :

Influence de la microstructure obtenue par procédé de fabrication additive SLM sur le comportement mécanique de revêtements base cobalt

École doctorale et discipline ou spécialité :

MEGEP : Génie mécanique, Mécanique des matériaux

Unité de recherche :

Institut Clément Ader, UMR CNRS 5312, IMT Mines Albi

Directrices de thèse :

Christine BOHER, Professeure, IMT Mines Albi

Adriana SOVEJA, Maître de Conférences, Université Toulouse Jean-Jaurès

Autres membres du jury :

Cécile LANGLADE, Professeure, UTBM, Rapporteuse

Hamid ZAIDI, Professeur, Université de Poitiers, Rapporteur

Catherine MABRU, Professeure, ISAE SUPAERO, Présidente

Elodie CABROL, Maître de Conférences, ENISE, Examinatrice

Michel CHAUSSUMIER, Maître de Conférences HDR, INSA Toulouse, Invité

“Mal nommer les choses accroît aux malheurs du monde”, citation d’Albert Camus, prix Nobel de la littérature 1957.

Conséquemment, se donner la peine pour bien nommer les choses devrait participer grandement au bonheur du monde. Cependant, beaucoup de temps a été consacré pour que chaque terme employé dans ce manuscrit soit bien pensé y compris dans la partie remerciements.

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été long et je n'y serai jamais parvenu sans l'aide de différentes parties et l'implication de plusieurs personnes à différents niveaux.

Je commence par remercier les membres du jury qui ont accepté d'examiner ce manuscrit de thèse. Je remercie Catherine Mabru qui a présidé le jury, merci d'avoir bien géré la soutenance orale du début jusqu'à la fin en me mettant très à l'aise dès le démarrage. Cécile Langlade et Hamid Zaidi d'avoir rapporté ce travail exploratoire. Merci à Elodie Cabrol d'avoir été examinatrice dans le jury et aussi d'avoir été l'auteur de la thèse précurseur du sujet de mon travail de thèse présenté dans ce manuscrit, j'ai beaucoup appris grâce à ses anciens travaux.

Je tiens à remercier les deux directeurs successifs du centre ICA Albi Thierry Cutard et Thierry Sentenac, je suis conscient que la gestion d'un centre est une responsabilité lourde mais ils ont quand toujours gardé le sourire quelque soient les difficultés comme celles engendrées par la situation Covid.

Je vais évidemment remercier mon équipe encadrante composée des personnes avec lesquelles j'ai passé le plus de temps afin de discuter et accomplir ce travail qualifié par unanimité d'exploratoire. Je remercie Christine Boher ma directrice de thèse qui, je suis sûr, n'avait aucune idée des aventures qui nous attendaient le jour où elle a lancé mon sujet de thèse, merci pour sa patience par moments et ses prises de décision indiscutable par d'autres et surtout de m'avoir accompagné du début à la fin sur les plans scientifique, technique et humain. Elle disait qu'il suffit juste de ne jamais lâcher prise, je ne l'ai pas fait, elle ne l'a pas fait. Je remercie Adriana Soveja, ma co-directrice de thèse avec laquelle je discutais souvent et beaucoup en présentiel comme en distantiel, les réunions étaient nombreuses et interminables, elle apportait à minima du soutien moral quand ces réunions n'aboutissaient pas nécessairement à de réponses concrètes. Je remercie Michel Chaussurier, mon encadrant et aussi une véritable encyclopédie dans le domaine de la fatigue à grands nombres de cycles et pas que, j'ai appris avec lui la pluridisciplinarité et la manière d'aborder un sujet scientifique englobant diverses spécialités. Je le remercie vivement car non seulement il a réussi à transmettre, à me sauver de certaines situations critiques mais, en plus et je dois l'avouer, les différentes réunions faites à Toulouse jusqu'à des heures très tardives étaient pour moi un réel plaisir.

Je remercie mon stagiaire Abid Toudmir qui a accompli un travail admirable me permettant de comprendre la complexité du procédé SLM d'un point de vue thermique, merci à Yannick le Maoult qui m'a tant appris dans le cadre de l'encadrement de ces travaux de stage.

Je remercie toutes l'équipe technique avec laquelle j'ai pu interagir que ce soit sur le site d'Albi ou celui de Toulouse. Merci pour les responsables du MEB, Serge Tavor pour son dévouement et son implication, Karine Vieilleigne pour toutes les jolies images MEB et analyses EDS jusque même après la soutenance. Je remercie Karim Choquet qui m'a toujours arrangé pour l'utilisation de la DRX, un équipement que j'ai beaucoup utilisé sachant que mon sujet reposait principalement sur la transformation de phase induite par plasticité impliquant nécessairement toutes les analyses avant et post-essai mécanique, merci pour les différents échanges qui m'ont permis de beaucoup apprendre.

Le MEB de table est un équipement que j'ai pas mal utilisé, je remercie les responsables de cet équipement de caractérisation qui m'a tant servi à savoir Vanessa Vidal et Mehdi Salem. Je remercie par ailleurs Mehdi Salem pour les différents échanges scientifiques et pas scientifiques qui m'ont beaucoup aidé car c'est dans le débat que jaillit la lumière.

Je remercie Sabine Leroux, c'était un vrai plaisir de la côtoyer tous les jours, merci pour les différentes discussions se rapportant au rugosimètre comme aux différents logiciels de traitement et aussi pour son soutien moral et son art d'écouter.

Merci à la belle équipe qui pilote la machine de fabrication additive SLM 125HL présente sur la plateforme Mimausa, toutes mes investigations commençaient et reposaient naturellement sur un déroulement correct des fabrications. Je remercie Aurélien Mazzoni qui était le premier à m'accueillir, me former sur la machine et le logiciel Magics. Je remercie Adrien Lieurey de m'avoir assisté surtout au début, d'avoir toujours été impliqué avec dévouement tout en assurant une atmosphère de bonne humeur. Je remercie également Etienne Copin pour les différents échanges scientifiques comme techniques autour de la thématique de la fabrication additive, j'en profite pour le remercier également des bons moments passés en dehors du labo spécialement quand c'étaient dans le cadre de compétitions sportives.

Je remercie particulièrement Arnaud Proeitti le spécialiste de l'EBSF au niveau de la plateforme Casting avec qui j'ai beaucoup échangé autour de réunions en présentiel et surtout en distanciel, il avait toujours la solution à tout, c'était un plaisir de travailler avec lui sur le plan scientifique comme sur le plan humain.

Je remercie les personnes avec qui j'ai pu interagir au niveau de l'ICA Toulouse, mon deuxième foyer dans lequel s'est déroulait la campagne d'essais de fatigue. Je remercie Marc Chartrou le technicien responsable de la machine, Remy Chieragatti l'enseignant chercheur avec qui j'ai pas mal échangé et apprécié les différentes discussions même celles pas relatives au travail. Je remercie l'ingénieur d'étude Abdallah bouzid qui m'a beaucoup aidé avec dévouement et de la bonne humeur, merci pour son implication dans la réalisation du montage de flexion et l'usinage de certaines éprouvettes. Je remercie également l'ancien doctorant Benaissa Malek de m'avoir aidé pour la prise en main de la machine et le logiciel.

Un autre équipement que j'ai beaucoup utilisé est la voiture de l'école, mes remerciements vont donc jusqu'à l'équipe du garage de l'IMT mines Albi avec laquelle j'ai beaucoup interagi et qui a toujours été réactive. Merci à Jean-Paul Once que j'ai le plus côtoyé.

Je remercie celles et ceux qui ont participé au bon déroulement de la thèse pas nécessairement sur le plan scientifique, Claudine Sablayrolles responsable de la formation des doctorants maintenant à la retraite, j'ai apprécié tous les échanges qu'on a eus, Marie Christine Plantie qui a toujours assisté les doctorants, tout le bureau des doctorants, un grand merci à Séverine Péfaure qui a toujours été au service des doctorants, très réactive et efficace, je salue son dévouement, à chaque que j'ai eu affaire elle, ceci me procurait de la tranquillité et mon problème était déjà réglé. Je remercie les secrétaires du centre ICA, Esther Ramirez maintenant à la retraite, Catherine Maffre et Christel Cabieces toujours en fonction pour les différentes démarches administratives et aussi avec qui j'ai apprécié discuté au quotidien. Je remercie également Luc Penazzi notre interlocuteur au niveau de l'école doctorale MeGEP, merci pour toutes les discussions qui se déroulaient en général autours d'un café, je remercie Fabienne Espitalier ma marraine de thèse qui a bien accompli sa mission en m'ayant soutenu à chaque que le besoin se ressentait.

Et sans pouvoir tous les citer, je remercie tous enseignants chercheurs du centre ICA Albi qui ont tous d'une manière ou d'une autre participé à la réussite de ce travail et participé au bien être des doctorants.

Car la vie de doctorant ne se résume pas qu'à la thèse et à la science je rebondis maintenant vers mes collègues doctorants qui m'ont aidé et avec qui j'ai aimé passé mon quotidien. Je commence par remercier ceux de la génération au-dessus de la mienne : Sabrina, Lilia, Sinane, Sylvain, Céline, Mahmoud, Lilian, Fatna qui m'ont assuré le meilleur accueil. Les doctorants de ma génération avec qui je me suis toujours bien entendu : Phuong, Anh Thuan, Jennifer, Laurie, Florian. Merci pour tous les moments passés ensemble.

Je remercie très spécialement les doctorants de mon bureau : Stella avec qui j'ai au quotidien discuté et enquêté. Abel qui m'a toujours soutenu avec son caractère altruiste, un grand merci pour tous les bons conseils et les rires infinis. Merci à Benjamin pour tous les rires et surtout les discussions qui n'aboutissaient généralement pas mais qui m'ont permis de gagner en maturité, sans oublier toutes les activités en dehors du labo, merci de m'avoir fait découvrir l'univers du cyclisme. Merci à Achraf le discret talentueux. Merci à Lisa avec son accent local si particulier que j'ai pris du plaisir à entendre au quotidien, merci par ailleurs de m'avoir apporté du soutien à chaque fois que cela lui a été possible sans oublier les différentes sorties comme les vacances aux frontières franco-suisse pendant lesquelles on a du passé tout un séjour entraînant de chercher un four.

Je remercie William pour les discussions intellectuelles enrichissantes qu'on a partagées. Merci à Charles mon incontournable conseiller du cyclisme. Je remercie vivement Morgane avec qui j'ai partagé beaucoup de mes soucis et aussi de très agréables moments entre la thèse et la vie en dehors du labo et également des occasions qui combinaient les deux en l'occurrence les vacances à Strass. Je remercie chaleureusement Camille, discrète mais très compétente, pour les moments passés ensemble, les discussions et le soutien sans relâche surtout vers la fin de la thèse, le défoulement et les danses à l'extérieur du labo. Je remercie Manu, le doctorant qui m'a accompagné dans mes premières découvertes de l'univers de la fabrication additive, tout dans la tranquillité et la bonne humeur.

J'adresse un merci particulier à Maxime. Je lui suis d'abord reconnaissant pour tout ce qu'il a déployé comme moyens pour m'assurer un soutien sans condition et pas uniquement vers la fin, merci pour les moments partagés, les aventures et défis réalisés entre randonnées et cyclisme en dépit des temps pluvieux et des innombrables crevaisons. Mais, je le remercie plus particulièrement de m'avoir toujours et constamment écouté.

Je remercie l'ensemble des doctorants de la nouvelle génération pour les moments passés ensemble vers la fin de ma thèse en leur souhaitant un bon courage, je suis confiant qu'ils sauront assurer la bonne continuité de la science.

Je finis par remercier toute ma famille qui a toujours été à mes côtés. Merci à mon oncle et ma tante Mohamed Y. et Dalila Y. de m'avoir toujours accompagné et encouragé pour aller vers le meilleur, merci à eux d'être déplacé depuis Paris vers le sud de la France pour me soutenir quand je soutenais. Je remercie ma sœur qui est ma sœur unique. Je clos cette partie en remerciant mes parents qui, tout simplement, sans eux et l'éducation assurée, je ne serai jamais devenu ce que je suis devenu aujourd'hui.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART	3
1. Introduction	3
2. Procédés de fabrication additive	3
2.1. Généralités	3
2.2. Classification des procédés de fabrication additive	4
2.3. La Fusion Laser Sélective sur lit de poudre métallique SLM	5
2.3.1. Principe	5
2.3.2. Paramètres du procédé	6
2.3.3. Paramètres du procédé SLM dans le cas de poudres en alliages base cobalt	8
2.3.4. Flux thermique dans le procédé SLM	11
2.4. Difficultés et limites de la fabrication additive	12
2.5. Construction Laser Additive Directe CLAD (en anglais Direct Laser Deposition DLD)	15
2.5.1. Principe	15
2.5.2. Paramétrage du procédé dans le cas des alliages base cobalt	16
3. Le cobalt et ses alliages	17
3.1. Les alliages base cobalt	18
3.1.1. Structures cristallographiques	18
3.1.2. Matrice	20
3.1.3. Précipités	20
3.2. Formes allotropiques et transformation de phase	21
3.3. Énergie de fautes d'empilement et rôle des éléments d'addition dans la matrice cobalt	23
3.4. Diagramme d'équilibre fer cobalt :	25
4. Microstructure et comportement tribologique des alliages base cobalt	26
4.1. Alliages base cobalt obtenus comme massifs par SLM	26
4.1.1. Microstructure des massifs	26
4.1.2. Dureté	29
4.1.3. Comportement tribologique	30
4.2. Alliages base cobalt obtenus comme revêtements par procédés classiques	33
4.2.1. Microstructure des revêtements	33
4.2.2. Dilution du fer	34
4.2.3. Dureté des revêtements	35
4.2.4. Comportement tribologique	36
5. Microstructure et comportement en fatigue des alliages base cobalt	39
5.1. Alliages base cobalt obtenus comme massifs par SLM	39
5.2. Alliages base cobalt obtenus comme revêtements par procédés classiques	41
5.2.1. Durée de vie en fatigue	41
5.2.2. Mécanismes d'endommagement	43
6. Conclusions	45

CHAPITRE 2 : PROCÉDE, MATERIAUX, MOYENS DE CARACTERISATIONS EXPERIMENTALES & ESSAIS MECANIKES	47
1. Introduction	47
2. Machine de fabrication additive SLM 125 HL	47
2.1. Préparation de la chambre de travail	48
2.1.1. Système laser	49
2.1.2. Système de mise sous argon	49
2.1.3. Préparation des fichiers numériques	49
3. Matériaux étudiés et géométries des éprouvettes	50
3.1. Poudre CoCrMo	50
3.1.1. Composition chimique et cristallographie	51
3.1.2. Granulométrie des poudres	52
3.1.3. Recyclage de la poudre	52
3.2. Substrats base fer	53
3.2.1. Acier C35	53
3.2.2. Acier C45	54
4. Méthodes d'analyses et de caractérisation	56
4.1. Diffraction des rayons X - DRX	57
4.1.1. Épaisseur affectée par les rayons X	58
4.1.2. Méthode de dosage des phases	59
4.1.3. Méthodologie pour identification des teneurs massiques en fer et des phases cristallines dans le revêtement	60
<i>a. Sur les disques de tribologie</i>	60
<i>b. Sur les éprouvettes de fatigue</i>	60
4.2. Techniques d'observation des microstructures et d'analyses de la composition chimique	61
4.2.1. Préparation des échantillons	61
4.2.2. Microscopes optiques	61
4.2.3. Microscopes électroniques à balayage	62
a. Paramétrage des analyses EDS	62
b. Profondeur analysée par EDS (interaction des électrons)	63
4.3. Diffraction des électrons rétrodiffusés - EBSD	64
4.4. Microscope Confocal à champ étendu	66
4.5. Caractérisation mécanique par microdureté	68
5. Les moyens d'essais pour les sollicitations surfaciques et volumiques	68
5.1. Sollicitations surfaciques	68
5.1.1. Le Tribomètre pion sur disque	68
5.1.2. Fabrication des revêtements sur les disques de tribologie	69
5.2. Sollicitations volumiques	70
5.2.1. La machine de fatigue	70
5.2.2. Fabrication des revêtements sur les éprouvettes de fatigue	71
5.2.3. Conditions d'essais en fatigue	72
6. Conclusions	72

CHAPITRE 3 : ÉTUDE DE L'ÉTAT MICROSTRUCTURAL DU REVÊTEMENT OBTENU PAR SLM A PARTIR D'UNE POUDRE BASE COBALT

73

1. Introduction	73
2. Lien entre paramètres du procédé SLM et microstructure	73
2.1. Campagne de fabrication avec variation de la densité d'énergie volumique	73
2.2. Évolution de la teneur massique de fer en surface des revêtements	74
2.3. Évolution des phases cristallines	75
2.4. Nature de la microstructure	76
2.5. Conclusion partielle	77
3. Revêtements à différents nombres de couches	78
3.1. Évolution de la teneur en fer en fonction du nombre de couches	78
3.2. Mise en évidence de l'influence de l'intervalle de temps entre couches	79
3.3. Phases cristallines et microstructures	80
3.3.1. Phases cristallines	80
3.3.2. Microstructure	81
3.3.3. Évolution des teneurs en éléments dans l'épaisseur du revêtement	82
3.3.4. Épaisseur des revêtements	84
3.4. Dureté des revêtements	88
4. Conclusions	90

CHAPITRE 4 : RESULTATS DES ESSAIS TRIBOLOGIQUES, DES ESSAIS DE FATIGUE & ANALYSES MICROSTRUCTURALES

91

Partie 1 : Résultats des essais tribologiques

92

1. Tribologie des revêtements à différents nombres de couches	92
1.1. Teneur massique moyenne en fer en surface des revêtements avant essais tribologiques	93
1.2. Phases cristallines en surface des revêtements avant essais tribologiques	94
1.3. Teneurs massiques en fer et phases cristallines dans les zones de frottement	95
1.3.1. Teneur massique moyenne en fer dans les traces d'usure	95
1.3.2. Phases cristallines dans les traces d'usure	96
1.3.3. Taux de transformation sous sollicitations tribologiques	97
1.4. Coefficient de frottement et volume d'usure	98
1.4.1. Coefficient de frottement	98
1.4.2. Volume d'usure	99
1.5. Évolution de l'écrouissage des zones endommagées sous sollicitations en frottement	100
1.5.1. Dureté et phénomène d'écrouissage	101
a. Filiation de dureté avant usure	101
b. Filiation de dureté après sollicitation de frottement	101
1.5.2. Réorientation des joints de bain de fusion	104
1.6. Essais interrompus pour un revêtement à 8 couches	106
1.6.1. Évolution de la teneur en fer au cours de la sollicitation tribologique	106
1.6.2. Évolution des phases cristallines au cours de la sollicitation tribologique	107
1.6.3. Évolution des phases cristallines en fonction de la teneur en fer	108
2. Nature et déformation des grains mesurées par EBSD	109
2.1. Phases et orientations cristallographiques par EBSD	109
2.1.1. Hors zone de frottement	110
2.1.2. Dans la zone de frottement	111
2.1.3. Évolution du taux de transformation CFC → HC dans l'épaisseur du revêtement	113

2.1.4. Vérification en utilisant les données EDS de l'analyse EBSD du cas de la transformation CFC→α'CC	113
a. Difficultés de la mesure	114
b. Teneur en fer dans les phases CFC et α'CC	114
2.2. Étude de la texturation cristallographique	116
2.2.1. Figures de pôles pour les orientations cristallographiques	117
2.2.2. Détails concernant la texturation de la phase HC du cas 10 couches	119
2.3. Évolution des propriétés des grains dans l'épaisseur du revêtement après sollicitation en frottement	120
2.3.1. Étude du cas base cobalt pour la transformation de phase CFC→HC	120
2.3.2. Étude du cas base fer pour la transformation de phase CFC→α'CC	122
PARTIE 2 : Résultats de fatigue en flexion 4 points	125
1. Caractéristiques des éprouvettes de flexion 4 points	125
1.1. Caractéristiques de fabrication :	125
1.2. Composition chimique et microstructures de revêtements réalisés	126
1.2.1. Teneur massique en fer	126
1.2.2. Microstructure en surface du revêtement	127
1.2.3. Dureté en surface du revêtement	128
2. Résultats des essais de fatigue	129
2.1. Courbes de Wöhler	129
2.1.1. Pour le matériau de base C45	129
2.1.2. Pour le matériau revêtu avec 4 couches SLM	130
2.1.3. Pour le matériau revêtu avec 8 couches SLM	131
2.1.4. Bilan des essais de fatigue	131
2.2. Dureté et écrouissage	132
2.3. Évolution de la teneur massique en fer et de la microstructure sur la surface sollicitée	133
2.3.1. Évolution de la teneur massique en fer	133
2.3.2. Évolution de la microstructure	133
a. Cas du revêtement à 4 couches	133
b. Cas du revêtement à 8 couches	134
c. Taux de transformation CFC→HC et teneur massique en fer	134
2.3.3. Évolution du taux de transformation de phase en cours essais	135
2.3.4. Analyses EBSD et EDS des modifications microstructurales induites par le chargement de fatigue	136
a. Nature des phases et orientations cristallographiques	136
b. Texturation	138
2.4. Évolution des propriétés des grains dans l'épaisseur du revêtement après sollicitation en fatigue	139
3. Résultats fractographiques	142
3.1. Observations des faciès de rupture sur les éprouvettes non revêtues	142
3.2. Observations fractographiques sur les éprouvettes revêtues	143
3.2.1. Nombre de sites d'amorçage	143
3.2.2. Faciès de rupture - Revêtement à 4 couches	144
3.2.3. Faciès de rupture - Revêtement à 8 couches	145
4. Conclusions	146

CHAPITRE 5 : MICROSTRUCTURES DU REVETEMENT, COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE ET TENUE EN FATIGUE - UN CRITERE D'ENDOMMAGEMENT BASE SUR LA TRANSFORMATION DE PHASE	149
1. Introduction	149
2. Analyse approfondie des relations de causes à effets	149
2.1. Natures et teneurs des phases présentes dans les revêtements de cobalt obtenus par SLM sur base fer	150
1.1.1. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur la variation de la teneur en fer	150
2.1.1. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur les phases cristallines résultantes	151
1.1.1. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur l'épaisseur	152
2.1.2. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur la dureté	152
2.1.3. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur la forme des grains	152
2.2. Modifications microstructurales sous sollicitations surfaciques via les essais tribologiques	153
2.2.1. Transformations de phase et épaisseurs affectées	153
2.2.2. Texturation des zones transformées tribologiquement	155
2.2.3. Impact des transformations de phase sur le frottement et sur le volume d'usure	156
2.3. Modifications microstructurales sous sollicitations volumiques via les essais de fatigue	157
3. Transformations de phases sous sollicitations et critère d'endommagement	159
CONCLUSIONS GENERALES & PERSPECTIVES	163
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	169
ANNEXES	179
1. ANNEXE A : Paramètres SLM utilisés pour la poudre Cobalt	180
2. ANNEXE B : Technique de mesure de l'émissivité	181
3. ANNEXE C : Propriétés thermiques de la poudre	183
4. ANNEXE D : Diffraction des rayons X - DRX	187
5. ANNEXE E : Technique CrossPolisher de préparation de surface	191
6. ANNEXE F : Etude de l'influence du champ thermique pour la compréhension de certains aspects de la microstructure	192
7. ANNEXE G : Courbes de frottement pour la campagne de tribologie à différents nombres de couches	200
8. ANNEXE H : Estimation du facteur de concentration de contraintes dû à la rugosité sur la durée de vie	201
9. ANNEXE I : Évolution de la dureté en fonction de la charge maximale appliquée	203

LISTE DES FIGURES

Figure I.1 : Schéma de Principe de fonctionnement de la technique de fusion laser sélective sur lit de poudre [THO15].....	6
Figure I.2 : Illustration des longueurs géométriques : espacement entre passes d , largeur de la passe L_c et taux de recouvrement Tr [PIL16].....	7
Figure I.3 : Stratégies de construction du laser : Croisée et en Damier [PIL16].....	8
Figure I.4 : Section transverses par MO sur deux échantillons en CoCrMo élaborés par SLM suivant 2 paramètres différentes (variation de puissance et de la distance entre passes) [TAK13].....	10
Figure I.5 : Influence des paramètres du procédé SLM (puissance, vitesse, distance entre passe) sur la densité finale [LIV16]	10
Figure I.6 : Distribution de la température dans l'épaisseur lors de fusion de la 3ème couche pour un acier 316L [LIU18].....	11
Figure I.7 : Historique de la température sur un point de surface supérieur du substrat pour la fusion d'une poudre Inconel 718 par SLM [LUO20].	12
Figure I.8 : Section transverses par MEB : 1)pores dus au procédé SLM, 2)pores dus au découpage et meulage [DAV16].....	13
Figure I. 9 : Effet Keyhole montré sur des sections transverses prises sur différentes régions d'un échantillon le long d'une passe laser [KIN14].....	13
Figure I.10 : Effet balling : A) lignes avec des boules grossières, b) lignes avec de fines boules et fusion partielle [HON16].	14
Figure I. 11 : Résultats de distorsion d'une pièce fabriquée par SLM : a) Influence de la vitesse de balayage , b) Influence de la porosité [MUG18]	15
Figure I. 12 : Principe de la technique de Construction Laser Additive Directe [THO15].....	16
Figure I.13 : Formes allotropiques du cobalt pur.....	17
Figure I.14 : Diagramme de phases Co-Cr [,OIK02,COL21].....	19
Figure I. 15 : Microstructure de revêtement obtenus par 3 procédés : a)GaZ Tungstène Arc, b)Oxyacetylene, c)Shielded Metal Arc [DAV00].....	21
Figure I. 16 : Plaques de martensites initiées depuis le réseau initial du CFC [COR10]	23
Figure I. 17 : Effet des éléments d'addition sur la transformation $\gamma_{CFC} \rightarrow \delta_{HC}$ dans le cobalt en fonction des limites de solubilité dans le cobalt CFC [SIM 87].....	24
Figure I.18 : Représentation schématique du réarrangement des plans compact suite au passage de dislocations partielles trainant une faute d'empilement : a) intrinsèque, b) extrinsèque.....	24
Figure I.19 : Influence de l'ajout du fer sur l'énergie des fautes d'empilement intrinsèques ISF et l'énergie des fautes d'empilements instables USF du Cobalt [TIA17].....	25
Figure I. 20 : Diagramme de phases Co-Fe [EUB60, DAV00, COL21].....	26
Figure I.21 : Microstructure d'un alliage CoCrMo élaboré par SLM : a)Travaux de [TAR15], b)Travaux de [LIV16]	27
Figure I.22 : Microstructure des sous-grains des alliages de cobalt élaborés par SLM : a)Observations MEB des sous grains à l'intérieur des grains, b) EBSD sur les sous-grains [QIA15].....	27
Figure I.23 : Croissance des sous grains par rapport aux joints entre passes : a)EBSD, b)MEB [DAR18]	28
Figure I. 24 : Evolution de la teneur en Mo, Cr, Co dans les joints intercellulaires par mesure EDS/MET [QIA15]	29
Figure I.25 : Microstructure et dureté des échantillons dans le cas des travaux de [LIV16], a) $P=126W$, $V=700mm/s$, $d=50\mu m$; et b) $P=126W$, $V=1200mm/s$, $d=70\mu m$	29
Figure I.26 : Distribution de la microdureté : a) le long d'une section longitudinale prise sur des « chevilles » selon deux conceptions 3D : TC et STC [LIV16], b) entre la surface supérieure et surface latérale [WAN18]	30
Figure I.27 : a) Taux d'usure suivant la charge normale appliquée et les paramètres du procédé SLM : échantillon A ($P=126W$ $v=700mm/s$, $d=50\mu m$, $e=20\mu m$), échantillon B ($P=126W$, $v=1200mm/s$, $d=70\mu m$, $e=20\mu m$) ; b) Dureté des échantillons A et B [LIV16].....	31

Figure I.28 : Observations MEB de la surface usée pour un échantillon A-SLM ($P=126W$, $v=700mm/s$, $d=50\mu m$, $e=20\mu m$) pour une charge de : a) 5N, b) 30N [LIV16]	31
Figure I. 29 : Illustration de l'anisotropie du comportement à l'usure d'un acier 316L élaboré par SLM : a) Stratégie de fabrication b) Taux d'usure suivant différentes directions de glissement [YAN19]	32
Figure I.30 : Microstructure dendritique observée dans un rechargement base cobalt par laser sur deux substrats : a) fonte [OCEL07]; b) acier [KUSM14]	33
Figure I.31 : Evolution de la microstructure pour un revêtement laser base cobalt de la surface vers l'interface [HOU17]	33
Figure I.32 : Profil de dureté dans l'épaisseur pour un revêtement laser [HOU17]	35
Figure I.33 : Profil de dureté sur deux passes laser différentes d'une même couche [OCE07]	36
Figure I. 34 : Procédure de calcul du volume d'usure à partir d'un scan de surface de contact d'un disque [CAB15]	37
Figure I.35 : revêtement laser suivant [HOU17] : a) Microstructure initiale près de la surface, b) Stries d'usure après essai de frottement, c) grossissement sur la surface usée (mécanisme d'adhésion).	38
Figure I.36 : Relation a) dureté avant et après essai, b) taux d'usure et, c) microstructure pour les revêtements stellite 21 obtenus par MIG et laser et stellite 6 par Laser [CAB15]	39
Figure I.37 : Comportement en fatigue de l'alliage de cobalt : a) Courbes de Wöhler, b) Directions de fabrication [KAJ16]	40
Figure I. 38 : a) Direction de la distribution des contraintes dans une éprouvette en flexion, b) Schéma illustratif de la relation entre la direction de fabrication, la direction de propagation de fissures, l'orientation des grains et les joints de bain de fusion [KAJ16]	40
Figure I. 39 : Courbes de Wöhler pour une pièce brute et une pièce revêtue en Stellite 21 [TUO16]	42
Figure I. 40 : Relation entre a) la tenue de vie en fatigue et b) les contraintes résiduelles [HUT15]	42
Figure I.41 : Relation entre l'épaisseur du revêtement et la tenue en fatigue [HUT15]	43
Figure I.42 : Initiation des microfissures [TUO14]	44
Figure I.43 : Propagation des microfissures [TUO14]	44
Figure I. 44 : Influence du traitement thermique sur la tenue en fatigue d'un alliage de cobalt sur acier C35 : a) courbes de Wöhler, b) microstructure [OH07]	45
Figure II.1: Machine SLM 125 HL avec les différents compartiments	48
Figure II.2: Préréglages de la chambre de fabrication sur la machine SLM125HL : a) Ajustement du niveau du racleur, b) Première couche déposée	49
Figure II.3: Moteur d'alimentation de la poudre	49
Figure II.4 : Aperçu d'un exemple de fichier de fabrication : (a) Magics (CAO) et (b) SLM (après tranchage) ; (c) pièce fabriquée	50
Figure II.5 : Forme des particules de poudre - images prises par MEB-SE	51
Figure II.6: Diagramme DRX de la poudre CoCrMo étudiée	52
Figure II.7: Distribution granulométrique des particules de poudre - Granulométrie laser	52
Figure II.8: Appareil de tamisage SLM Solutions GmbH	53
Figure II.9 : Microstructure ferrito-perlitique de l'acier C35	54
Figure II. 10: Schéma 3D des éprouvettes en acier C35 utilisées dans l'étude microstructurale et l'étude tribologique	54
Figure II.11: Diagramme DRX du substrat C35	54
Figure II.12: Spectre DRX obtenu sur une éprouvette de fatigue en acier C45	55
Figure II.13: Dimensions 3D des éprouvettes de fatigue	56
Figure II.14: Épaisseur de pénétration des rayons X en fonction de l'angle d'incidence du rayon X pour plusieurs alliages ternaire Co-Cr-Fe	58
Figure II.15 : Emplacement des zones d'analyse EDS et DRX au niveau de la trace d'usure	60
Figure II.16 : Schéma de la surface sollicitée de l'éprouvette de fatigue et configuration de la zone analysée par DRX et EDS sur la surface du revêtement	60

Figure II.17: Évolution de l'épaisseur de pénétration de l'électron en fonction de la tension d'accélération pour le Fe, Co et Cr :a) échelle log, b) échelle normale pour les tensions utilisées	63
Figure II. 18: Exemple de Diagrammes de kikuchi pour les phases CFC, HC et CC avec les valeurs de "MAD" respectives sur un point sélectionné de la carte.....	65
Figure II.19: Schéma de fonctionnement du microscope confocal à champ étendu	66
Figure II.20: Étapes de traitement d'une cartographie brute obtenue par Altisurf et post-traité par Altimap dans le cas d'une trace d'usure.....	67
Figure II.21: Schéma de la filiation de microdureté dans le revêtement avec un indenteur Vickers	68
Figure II.22: Image de fonctionnement du tribomètre CSM instruments et un schéma illustratif du fonctionnement de l'essai	69
Figure II.23: Machine de fatigue MTS 810	71
Figure II.24: Montage de fatigue en photo et en schéma	71
Figure II.25 : Emplacement des éprouvettes de fatigue sur le plateau de fabrication SLM pour la fabrication des revêtements : configuration pour 3 éprouvettes par fabrication.....	72
Figure III. 1 : Matrice de jeu de paramètres Puissance et Vitesse avec l'emplacement de chaque échantillon sur le plateau de fabrication	74
Figure III. 2 : Influence de la densité d'énergie sur la quantité de fer (% massique) mesurée par EDS en surface des revêtements.....	75
Figure III. 3 : Influence sur la teneur massique en fer en surface de la puissance à iso-vitesse et de la vitesse à iso-puissances	75
Figure III. 4 : Evolution du taux de la phase CC en fonction de la densité d'énergie du procédé.....	76
Figure III. 5 : Evolution du taux de la phase CC en fonction de la teneur massique moyenne en surface des revêtements en jouant sur les paramètres du procédé P et V	76
Figure III. 6 : Analyse EDS par point en coupe afin de montrer l'hétérogénéité de la composition chimique sur un revêtement construit par les paramètres P et V préconisés par SLM.	77
Figure III. 7 : Conditions de fabrication pour les deux campagnes de fabrication pour l'étude de la microstructure des revêtements suivant le nombre de couches, a) position de l'échantillon, b) ordre de fabrication	78
Figure III. 8 : Teneur massique en fer en surface du revêtement en fonction du nombre de couches de celui-ci pour les deux campagnes de fabrication ainsi que l'intervalle de temps entre couches successives.	79
Figure III. 9 : Taux des phases cristallines au niveau de la surface du revêtement suivant la campagne de fabrication et en fonction du nombre de couches.....	81
Figure III. 10 : Vue en coupe du revêtement à 4 couches pour les deux campagnes de fabrication à intervalles entre couches différents pour montrer l'existence de deux phases avec des analyses EDS en fenêtres	82
Figure III. 11 : Profils EDS des éléments Fe, Co, Cr pour le cas 5 couches des deux campagnes de fabrication	82
Figure III. 12 : Profils EDS en coupe du fer pour les deux campagnes de fabrication pour montrer l'effet de l'intervalle de temps entre couches.....	84
Figure III. 13 : Estimation de l'épaisseur du revêtement à 4 couches pour les deux campagnes de fabrication : a) Microscopie optique, b) lines scan EDS	86
Figure III. 14 : Vue en coupe des revêtements pour comparer la campagne 1 et la campagne pour montrer l'effet de l'intervalle entre couches sur l'épaisseur réelle du revêtement	87
Figure III. 15 : Filiations de microdureté corrélées aux profils EDS du fer pour les cas 4 et 9 couches des deux campagnes de fabrication.....	89
Figure III. 16 : Évolution de la dureté moyenne du revêtement hors de la ZAT prise sur toute l'épaisseur en fonction du nombre de couches du revêtement.....	89
Figure III. 17 : Evolution de la dureté moyenne du revêtement en fonction de la teneur moyenne massique en fer en surface des revêtements en compilant les deux campagnes de fabrication.	90

Figure IV. 1 : Localisation des zones d'analyse EDS et DRX sur le revêtement avant et après essai tribologique .	93
Figure IV. 2 : Teneur massique en fer en surface du revêtement suivant le nombre de couches du revêtement pour les 2 zones 1 et 2 pour les 2 lots de fabrications SLM	94
Figure IV. 3 : Corrélation entre le pourcentage de phases et la teneur en fer surfacique, pour tous les disques de tribologie, les deux fabrications et pour toutes les zones analysées.....	95
Figure IV. 4 : Évolution de la teneur massique en Fer en surface du revêtement suivant le nombre de couches du revêtement pour les 2 zones 1 et 2 pour les 2 fabrications SLM	96
Figure IV. 5 : Pourcentage de phases cristallines en fonction des teneurs massiques en fer en surface de la zone d'usure	97
Figure IV. 6 : Taux de transformation de phases CFC → HC et CFC → α'CC sous sollicitation tribologique en fonction des teneurs massiques en fer en surface de la trace d'usure	98
Figure IV. 7 : Évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la teneur en fer dans la trace d'usure pour l'ensemble des fabrications	99
Figure IV. 8 : Évolution du volume d'usure en fonction du nombre de couches du revêtement en fonction de la teneur en fer dans la trace d'usure pour l'ensemble des fabrications	100
Figure IV. 9 : Évolution de la largeur de la trace d'usure en fonction de la teneur massique en fer qu'elle contient en surface.....	100
Figure IV. 10 : Évolution de la dureté moyenne des revêtements en fonction de la teneur massique en fer initiale moyennée sur l'ensemble des zones analysées.....	101
Figure IV. 11 : Filiations de microdureté au niveau de la Trace d'usure vs Surface non usée pour les 2 lots de fabrication.....	103
Figure IV. 12 : Niveau d'écrouissage en fonction de la teneur massique en fer dans la trace d'usure moyennée sur l'ensembles des zones analysées.....	104
Figure IV. 13 : Images MEB prises au niveau de la trace d'usure sur coupe parallèle à la direction de glissement montrant la réorientation des joints de bain de fusion sur une certaine épaisseur du revêtement	105
Figure IV. 14 : Évolution de l'épaisseur affectée par la déformation plastique traduite par la réorientation des joints de bain de fusion comparée à celle estimée par microdureté, en fonction de la teneur massique en fer au niveau de la trace d'usure	105
Figure IV. 15 : Teneur massique en fer en fonction de la distance de glissement (a) et de la profondeur d'usure (b) pour les essais interrompus sur un disque à 8 couches.....	107
Figure IV. 16 : Évolution des taux de phases HC et CC en fonction de la teneur massique en fer pour les essais interrompus dans la zone à plus haute teneur en fer.....	108
Figure IV. 17 : Line scan EDS sur la largeur de la trace d'usure du côté de la zone 1 à plus forte teneur en fer .	108
Figure IV. 18 : Compilation des résultats des essais interrompus : Taux de phases en fonction de la teneur moyenne en fer dans la trace d'usure	109
Figure IV. 19 : Cartographies de phases (a & b) et Cartographies d'orientation codées en IPFx (c & d) pour les cas 10 couches et 4 couches du 1er lot de fabrication des disques tribologiques hors de la trace d'usure	111
Figure IV. 20 : Cartographies de phases (a & b) et Cartographies d'orientation codées en IPFx (c & d) pour les cas 10 couches et 4 couches de la fabrication 1 des disques tribologiques dans la trace d'usure.	112
Figure IV. 21 : Proportions des phases et taux de zones non indexées dans l'épaisseur du revêtement à 10 couches initialement CFC sous sollicitation tribologique avec suivi de l'évolution du pourcentage massique moyen en fer	113
Figure IV. 22 : Diagrammes EDS en fréquence relative pour l'élément fer dans chacune des phases CFC et CC dans l'épaisseur du revêtement à 4 couches avant sollicitation tribologique.....	114
Figure IV. 23 : Teneurs massiques en Fer mesurées par EDS dans chacune des phases CFC et CC sur le revêtement non usé et au niveau de la trace d'usure	116
Figure IV. 24 : Figures de pôles dans le cas 10 couches pour la mise en évidence de la texturation des plans standards de la phase HC, dans le sens parallèle à la trace d'usure. DF : Direction de fabrication, DG : Direction de glissement, Z : DR Direction radiale.....	118

Figure IV. 25 : Figures de pôles dans le cas 4 couches pour la mise en évidence des orientations cristallographiques des plans standards dans le sens parallèle à la trace d'usure, DG : Direction de glissement, sens parallèle à la trace d'usure. DF : fabrication, Z	119
Figure IV. 26 : Diagrammes DRX des cas 4 couches et 10 couches au niveau de la surface de la trace d'usure	119
Figure IV. 27 : Évolution de la valeur moyenne de GOS pour la phase HC dans l'épaisseur corrélée à l'évolution de la teneur massique moyenne de fer d'un revêtement à 10 couches sous sollicitation tribologique	121
Figure IV. 28 : Cartographie KAM pour les phases HC et CFC dans l'épaisseur du revêtement à 10 couches après sollicitations tribologiques	122
Figure IV. 29 : Évolution la valeur moyenne du GOS pour la phase α' CC dans l'épaisseur sous la trace d'usure corrélée à l'évolution de la teneur massique moyenne en fer pour un revêtement à 4 couches sous sollicitation tribologique	123
Figure IV. 30 : Cartographies KAM des revêtements 4 couches et 10 couches au niveau de la trace d'usure concernant les phases α' CC et HC respectivement	123
Figure IV. 31 : Comparaison entre la distribution des désorientations KAM de la phase CC dans le cas 4 couches sur toute l'épaisseur du revêtement et le cas 10 couches localement au niveau de la ZAT	124
Figure IV. 32 : Schéma des positions des éprouvettes de fatigue sur le plateau de fabrication SLM pour la fabrication des revêtements : configuration pour 3 éprouvettes par fabrication	125
Figure IV. 33 : Schéma de la surface sollicitée de l'éprouvette de fatigue et configuration de la zone analysée par DRX et EDS sur la surface du revêtement	126
Figure IV. 34 : Evolution du taux des phases CC et CFC en surface du revêtement à 4 couches	128
Figure IV. 35 : Profils de microdureté des éprouvettes de fatigues des 3 revêtements : 4 couches CFC, 4 couches CFC+ α' CC, 8 couches CFC dans les zones non sollicitées.	128
Figure IV. 36 : Courbe de fatigue de l'acier C45 en flexion 4 points ($R\sigma = 0,13$), pour une rugosité $Ra=0,8\mu m$, comparée à la littérature pour des rapports de $R\sigma = -1$	129
Figure IV. 37 : Courbes de fatigue pour les éprouvettes revêtues à 4 couches comparées à la courbe de référence de l'acier C45 brut	130
Figure IV. 38 : Courbes de fatigue pour les éprouvettes revêtues à 4 couches comparées à la courbe de référence de l'acier C45 brut	131
Figure IV. 39 : Comparaison des courbes de fatigue des 3 revêtements	131
Figure IV. 40 : Profils de microdureté des éprouvettes de fatigues des 3 revêtements : 4 couches CFC, 4 couches CFC+ α' CC, 8 couches CFC	132
Figure IV. 41 : Evolution de la dureté moyenne en fonction de la teneur massique en fer dans la zone déformée plastiquement des éprouvettes de fatigue	132
Figure IV. 42 : Transformation de phases CFC $\rightarrow$ HC et CFC $\rightarrow$ α' CC dans le cas des 2 populations du revêtement à 4 couches	134
Figure IV. 43 : Taux de transformation de phases CFC $\rightarrow$ HC dans le cas du revêtement à 8 couches de comparés au cas 4 couches	134
Figure IV. 44 : Taux de transformation CFC $\rightarrow$ HC par sollicitation en fatigue vs teneur en fer en surface pour différentes charges	135
Figure IV. 45 : Evolution du taux de transformation de phase CFC $\rightarrow$ HC et/ou CFC $\rightarrow$ α' CC au cours de la sollicitation à $\sigma_{max}=731MPa$ – Cas du revêtement à 4 couches biphasé et 8 couches monophasé	135
Figure IV. 46 : Evolution du taux de transformation de phase CFC $\rightarrow$ HC et/ou CFC $\rightarrow$ α' CC au cours de la sollicitation à $\sigma_{max}=548MPa$ – Cas du revêtement à 4 couches monophasé et 8 couches monophasé	136
Figure IV. 47 : Cartographie EBSD à proximité de la section de rupture Revêtement à 4 couches monophasé CFC - $\sigma^{max} = 731 MPa$	137
Figure IV. 48 : Cartographie d'orientation IPF X CFC à proximité de la section de rupture Revêtement à 4 couches monophasé CFC - $\sigma^{max} = 731 MPa$	137
Figure IV. 49 : Répartition suivant la profondeur des phases CFC, HC et α' CC au voisinage de la section de rupture en fonction de la teneur en fer et du niveau de contrainte globale dans l'épaisseur	138

Figure IV. 50 : Figures de pôles dans le cas 4 couches pour la mise en évidence de la texturation des plans de la phase HC, DF : Direction de fabrication, DC : Direction de contrainte appliquée, Z : Normale au plan (DG, DC)	139
Figure IV. 51 : Evolution de la valeur moyenne du GOS de la surface du revêtement vers l'interface à proximité de la section de rupture – revêtement à 4 couches - $\sigma_{max}=731\text{MPa}$	140
Figure IV. 52 : Cartographie KAM pour montrer la désorientation marquée au niveau des grains situé très proche du faciès de rupture pour la phase HC et une distribution assez homogène pour la phase CC, 4 couches sollicité à $\sigma_{max} = 731\text{MPa}$	141
Figure IV. 53 : Cartographie KAM pour montrer la désorientation au niveau des grains situé proche du faciès de rupture pour la phase CC, 4 couches sollicité initialement biphasé à $\sigma_{max} = 601\text{MPa}$	141
Figure IV. 54 : Faciès de rupture (MEB) - Epreuve non revêtue - $\sigma_{max} = 731\text{ MPa}$, $Ra=0.8\text{ }\mu\text{m}$.	142
Figure IV. 55 : Faciès de rupture (MEB) - Epreuve non revêtue - $\sigma_{max} = 548\text{ MPa}$, $Ra=0.8\text{ }\mu\text{m}$.	143
Figure IV. 56 : Microscope optique de la surface d'une éprouvette rompue 4 couches biphasée CFC+ α' CC, $\sigma_{max}=731\text{MPa}$	143
Figure IV. 57 : Nombre de sites d'amorçage et leur densité par unité de surface en fonction de la contrainte maximale appliquée pour les cas 4 couches monophasé, 4 couches biphasé et 8 couches monophasé	144
Figure IV. 58 : Faciès de rupture de l'éprouvettes sollicitée à 731 MPa – Revêtement à 4 couches – Microstructure monophasée CFC	145
Figure IV. 59 : Faciès de rupture de l'éprouvettes sollicitée à 731 MPa – Revêtement à 4 couches – Microstructure bi phasée CFC + α' CC	145
Figure IV. 60 : Faciès de rupture d'éprouvettes à 8 couches de revêtement monophasé CFC, $\sigma=731\text{MPa}$.	146
Figure V. 1 : Phases cristallines en fonction de la teneur en fer en surface pour montrer l'effet de l'intervalle de temps entre couches.	151
Figure V. 2 : Récapitulatif des taux de transformations des phases suivant les teneurs massiques en fer en surface de la zone d'usure, (0% = pas de transformation)	154
Figure V. 3 : Comparaison des épaisseurs affectées par la déformation (a) par mesure de micro-dureté (b) mesures par EBSD	155
Figure V. 4 : Courbes de frottement pour les cas 4, 6, 8 et 10 couches du 1 ^{er} lot de fabrication.	157

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1 : Classification normée des procédés de fabrication additive [BAU16, OBA17]	4
Tableau I.2 : Energies du procédé SLM pour les alliages CoCrMo suivant différents travaux.	9
Tableau I. 3 : Tableau comparatif des ordres de grandeur des paramètres du procédé SLM et CLAD. Hong et al [2016], Wang et al [2018], Song et al 2018], Qian et al [2015], Takaichi et al [2013], Darvish et al [2018], Liverani et al [2016], Davidova et al [2016], Tarasova et al [2015], Hong et al [2016], Tuomien et al [2015], Hutasoit et al [2015], Kismoko et al [2014], V.Ocelik et al [2007], Houdkova et al [2017], Cabrol et al [2015] ..	16
Tableau I.4 : Paramètres de maille pour les deux structures cristallographiques du Cobalt [HAB79]	17
Tableau I.5 : Composition massique de quelques alliages base cobalt [VAN04]	18
Tableau I.6 : Rôle des principaux éléments d'alliage dans les stellites [VAN04, HAB79]	18
Tableau I.7 : Rayons atomiques des éléments d'alliages des stellites [PAUL86].....	20
Tableau I.8 : Synthèse des études faites pour caractériser le comportement à l'usure suivant différents auteurs.	37
Tableau II. 1: Composition chimique de la poudre SLM : analyses EDS vs Certification	51
Tableau II.2: Composition chimique de l'acier C35 d'après la certification	53
Tableau II.3: Composition chimique de l'acier C45 d'après la certification	55
Tableau II.4: Caractéristiques mécaniques de l'acier C45 utilisé pour les éprouvettes de fatigue d'après la certification	55
Tableau II.5: identification des méthodes d'analyses suivant la caractérisation	57
Tableau II.6: Règles d'extinction pour les structures CFC, CC et HC	58
Tableau II.7: Références sur les 3 phases CFC, CC et HC d'après les fichiers de la base de données JCPDS, les 3 premiers pics les plus intenses	59
Tableau II.8: Paramètres d'analyse EDS.....	62
Tableau II.9 : Paramètres d'acquisition EBSD utilisés dans ces travaux via le logiciel Aztec.....	65
Tableau II.10: Caractéristiques du microscope confocal Altisurf 520.....	67
Tableau II. 11 : Paramètres d'essais de frottement utilisés pour toute la campagne de tribologie à différents nombres de couches.....	69
Tableau II.12 : Paramètres laser utilisés dans la campagne de tribologie	70
Tableau II.13 : Nombre de couche selon la fabrication des revêtements sur les disques de tribologie	70
Tableau II.14 : État des fabrications des éprouvettes de fatigue	71
Tableau III. 1 : Teneur massique en fer en surface et phases cristallines pour le cas 4 couches à différents intervalles entre couches et différentes surfaces de lasage	80
Tableau III. 2 : Résultats des analyses EDS des phases sur des observations en coupe des revêtements à 4 couches pour les deux campagnes de fabrication.....	82
Tableau III. 3 : Estimation des épaisseurs réelles des revêtements via trois méthodes : 1) Calcul théorique 2) Microscope optique 3) Teneur en fer par line scan EDS.....	86
Tableau IV. 1 : Paramètres d'essais de frottement utilisés pour toute la campagne de tribologie à différents nombres de couches.....	93
Tableau IV. 2 : Teneur massique moyenne en fer en surface des éprouvettes revêtues à 4 et 8 couches de revêtement.....	127
Tableau IV. 3 : Phases cristallines initiales au niveau de la surface sollicitée pour 4 couches et 8 couches de revêtement sur éprouvette de fatigue suivant sa position sur le plateau de fabrication	127

INTRODUCTION GENERALE

Le procédé de fabrication additive SLM est largement étudié ces dernières années pour identifier l'impact de la stratégie de fabrication et les paramètres du laser sur les propriétés microstructurales ou sur les propriétés de surface - par les aspects topologiques- des pièces massives obtenues par ce procédé. Ce procédé additif métallique s'applique à de nombreuses nuances de matériaux ou d'alliages dont les alliages de cobalt et plus spécialement les nuances CoCrMo sont assez abordées dans la littérature.

Ce travail de thèse qui concerne pour beaucoup l'influence de l'élément fer sur le comportement mécanique de rechargements obtenus par procédé de fabrication additive SLM a deux particularités : il est nourri par de précédents travaux au laboratoire ICA sur le comportement tribologique de rechargements base cobalt sur des matrices de forgeage à chaud [CAB15] et il couple deux types de sollicitations par des essais tribologiques et des essais en fatigue.

Précédemment, le laboratoire a travaillé sur la durée de vie sous sollicitations de frottement de différents rechargements base cobalt déposés par trois procédés [CAB15] sur des matrices de forgeage à chaud. En particulier, le procédé MIG a été comparé à deux technologies de fusion-soudage émergentes dans ce domaine : le procédé de plasma à arc transféré (PTA) et le procédé LASER. Ces travaux ont montré que selon les procédés, les rechargements présentent des mécanismes différents d'accommodation de la déformation plastique. La déformation plastique peut se produire soit par glissement de dislocations parfaites soit par transformation de phase Cubique à Faces Centrées (CFC) en Hexagonale Compacte (HC), qui est associée à l'énergie de défauts d'empilement (EDE). Cette transformation de phase qui permet la déformation plastique a une influence significative sur l'évolution du coefficient de frottement.

Parallèlement, les interactions "poudres/faisceau laser" par technologie en lit de poudres peuvent être considérées comme exploratoires au niveau du laboratoire. Les problèmes induits par le procédé SLM comme des particules de poudre non fondues, des porosités, des hétérogénéités de microstructures, des modifications métallurgiques..., à partir des paramètres d'élaboration machine sont encore à l'étude selon la nature des poudres déposées.

Le souhait de coupler deux types de sollicitations, sollicitations en fatigue volumique et sollicitations en fatigue de surface (obtenue indirectement par des essais de frottement) a été engagé pour identifier l'impact d'un endommagement de surface comparativement à un endommagement en volume. L'approche de l'endommagement en utilisant cette double sollicitation est aussi fortement liée au fait que ces deux thématiques scientifiques sont présentes au laboratoire.

Ainsi, ce travail de thèse totalement exploratoire au niveau du laboratoire ICA, a pour objet l'identification des mécanismes de plasticité induits par la teneur en fer dans un rechargement en alliage base cobalt obtenu par un procédé hors du scope classique des procédés de rechargement. Même si le procédé SLM n'a pas été développé pour une utilisation dans un contexte de revêtement mais plutôt pour l'élaboration des pièces massives en 3D avec une précision à l'échelle du micromètre, l'utilisation initiale du procédé SLM dans ce travail de thèse n'a été motivée que par sa capacité à générer ou pas la dilution des atomes de fer dans les rechargements base cobalt sur un substrat acier.

Le présent manuscrit sera en conséquence divisé en cinq parties : un premier chapitre classiquement dédié à l'état de l'art avec une présentation des principaux éléments bibliographiques de ce qui est connu dans la littérature du procédé SLM, du matériau constituant la nuance de la poudre employée (le cobalt et ses alliages) et également du comportement mécanique des nuances base cobalt et leurs évolutions microstructurales sous chargement tribologique et en fatigue. Ce dernier point est abordé sous deux formes soit comme massifs soit comme revêtement. Si le procédé SLM n'est à ce jour pas utilisé dans le cadre des revêtements, la littérature est riche au sujet des propriétés des revêtements en cobalt et ses alliages fabriqués par procédés plus classiques telles que le laser et le dépôt filaire. Une brève synthèse sera par ailleurs donnée de l'influence de la thermique du procédé SLM.

Dans le second chapitre, nous décrivons les différentes techniques expérimentales utilisées avec les paramètres retenus dans le cadre de ce travail, à commencer par la machine SLM dont nous disposons au sein du laboratoire et que nous avons utilisée pour toutes les fabrications. La présentation des paramètres de fabrication et d'essais mécaniques est centralisée dans ce chapitre. Dans celui-ci, nous présentons également les techniques d'analyses comme la DRX, l'EBSA employées pour les investigations microstructurales et les analyses physico chimiques qui ont permis d'identifier les mécanismes d'endommagement en volume et en surface des revêtements multi-matériaux.

Le troisième chapitre se focalise sur l'étude de la microstructure de départ étant inconnue dans la littérature, ce chapitre englobera l'identification des différents paramètres du procédé pouvant influencer la microstructure avec une analyse des différents résultats microstructuraux obtenus. Dans ce chapitre, les propriétés microstructurales engloberont la teneur en fer dans le revêtement, les phases cristallines résultantes et la propriété de microdureté. Ceci en dehors de toute sollicitation mécanique.

Le quatrième chapitre est dédié aux différents résultats de tribologie et de fatigue à différentes échelles du macroscopique au microscopique, couvrant la déformation à l'échelle macroscopique et à l'échelle des grains, les durées de vie, le taux d'enlèvement de matière, les niveaux de dureté...etc.

Quant à l'analyse couplée de ces résultats, elle est présentée dans un cinquième et dernier chapitre avec une étude croisée entre les différentes propriétés du revêtement sous chargement et aussi la corrélation avec l'étude microstructurale de départ étudiée et énoncée au chapitre 3. Ainsi, nous établissons une analogie entre les deux types de chargement qui permettra de définir des critères d'endommagement suivant la microstructure du revêtement obtenue lors du procédé. Nous avons constitué ce chapitre de telle sorte à mettre en avant la part de contribution scientifique de l'ensemble de ce travail de thèse.

CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART

1. Introduction

Dans cet état de l'art, nous décrirons la littérature concernant la microstructure des alliages base cobalt, une fois obtenue par procédé SLM dans le cadre des pièces massives en 3D, et une fois dans le cadre des revêtements obtenus par procédés classiques, tel que le procédé laser.

Le procédé SLM n'étant pas utilisé pour réaliser des revêtements, il n'y a pas à ce jour de travaux publiés similaires à notre problématique. Le phénomène de dilution du fer sera donc discuté uniquement dans le cas des revêtements obtenus par procédés classiques. De même pour le comportement mécanique sous sollicitations tribologiques et sollicitations en fatigue, une étude synthétique sera donnée récapitulant les résultats des différents auteurs.

Ce chapitre - état de l'art bibliographique- est divisé en 5 parties. La première aborde les différents procédés de fabrication additive. La majeure partie sera dédiée au procédé SLM, sa particularité et les problèmes rencontrés. Ceci inclura la compréhension de la thermique du procédé puisque la diffusion atomique et la dilution du fer qui nous intéressent sont des phénomènes thermiquement activés. Le procédé de dépôt par laser sera aussi abordé, d'une manière plus brève, car celui-ci est un procédé très utilisé pour élaborer des revêtements et qui présente des analogies avec le procédé SLM. La deuxième partie concerne le matériau cobalt et ses alliages, ses microstructures et compositions chimiques avant d'aborder dans la troisième partie les mécanismes de plasticité et la notion d'énergie des fautes d'empilement. Le diagramme fer-cobalt sera décrit dans cette partie afin d'identifier les structures cristallines qui se forment suite à la formation d'alliage en présence de fer et de cobalt. La quatrième et cinquième partie abordent le comportement tribologique et le comportement en fatigue respectivement, en plus des propriétés microstructurales des alliages base cobalt. On distinguera les massifs élaborés par SLM et les revêtements élaborés par procédés classiques.

2. Procédés de fabrication additive

2.1. Généralités

La fabrication additive est une technique d'élaboration de structures par ajout de matière jusqu'à l'obtention de l'objet final en 3 dimensions faisant intervenir la conception assistée par ordinateur et la numérisation. On note la définition communément utilisée pour la fabrication additive qui est celle donnée par la norme AFNOR NF E 67-001 et qui est « l'ensemble des procédés permettant de fabriquer, couche par couche, par ajout de matière, un objet physique à partir d'un « objet numérique » [LAV16].

C'est une technique qui a commencé à se développer dans les années 1980 avec le brevet déposé par Jean Claude André et son équipe [LAV16]. En 1986, apparaît le premier fabricant de machine de fabrication additive qui était 3D System [LAV16, HOR12].

Suivant la norme ASTM-I F2792 on attribue à la fabrication additive diverses dénominations, on citera : le procédé additif, la technique additive, la fabrication par couches additives et la fabrication libre [SLO14].

Elle s'applique sur plusieurs types de matériaux et vient concurrencer les méthodes d'élaboration conventionnelles dites traditionnelles telles que le forgeage, le moulage, la fonderie...etc. Elle peut aussi être perçue comme un atout pour ces procédés comme moyen de concevoir des moules, des noyaux et/ou des empreintes servant par la suite à fabriquer les pièces avec ces procédés classiques, on parle alors d'outillage rapide.

Suivant la définition normative [BAU16], on construit l'objet couche par couche en faisant monter ou descendre le plateau de fabrication entre 2 couches successives. On parle donc de fabrication ascendante ou descendante respectivement.

De par sa grande précision, la complexité des pièces conçues, son automatisation ainsi que l'étendue de ses champs d'application, la fabrication additive suscite l'intérêt de plusieurs secteurs tels que l'aéronautique, le militaire, le médical et même l'électronique et les biens de consommation.

2.2. Classification des procédés de fabrication additive

Une classification de la fabrication additive suivant le procédé utilisé est développée selon la norme NF ISO 17296-2. Cette classification divise les procédés additifs en 7 catégories [LAV16, OBA17]. Le

Tableau I.1 cite et synthétise pour chaque catégorie de procédé la source d'activation, les matériaux de base accessibles ainsi que quelques sous-catégories qui en découlent [BAU16, OBA17]. Le nom pour chacune de ces sous-catégories sera donné en acronyme anglais pour lequel le procédé est le plus connu.

Tableau I.1 : Classification normée des procédés de fabrication additive [BAU16, OBA17]

Famille de Procédés	Procédés complémentaires	f d'énergie	Matière de base
Photo-polymérisation en cuve	SLA, SL : Stéréolithographie DLP : Traitement numérique de la lumière (Digital Light Processing)	- Laser (rayonnement UV) & miroir - Lampe (lampes à arc) & photomasque	- Liquide ou pâte - Résine synthétique
Projection de matière	PJET ou PJ : PolyJet Inject MJP : (MultiJet Printing) MJM : Modelage à Jets Multiples (MultiJet Modeling)	Source de rayonnement lumineux	- Photopolymère liquide ou cire fondue - Différents matériaux plastiques, élastomères, composites et de cire pour des pièces imprimées
Projection de liant	Impression 3D CPJ Color Jet Printing	Liaison par réaction chimique ou thermique	Poudre et agent de liaison
Fusion sur lit de poudre	FSL : Frittage Selective par Laser SLS : Selective Laser Sintering SLM : Selective Laser Melting EBM : Electron Beam Melting	Laser + miroir Source thermique Canon à électrons Lampes infrarouges	Poudre en céramique, polymère ou métallique
Extrusion de matière	FDM : Fused Deposition Melting FFF : Fused Filament Fabrication	Chaleur ou ultrasons ou réaction chimique	Thermoplastique et céramique structurale
Dépôt de matière sous énergie concentrée	DMD : Direct Metal Deposition DLD : Direct Laser Deposition DPM : Direct Plasma Deposition	Laser ; Plasma ; arc transféré ; Faisceau d'électrons	Poudre ou fil métalliques
Stratification de couches	UAM : Ultrasonic Additive Manufacturing LOM : Laminated Object Manufacturing Stratoconception	Liaisons chimiques, Ultrasons Laser	Papiers, feuilles de métal, polymère

2.3. La Fusion Laser Sélective sur lit de poudre métallique SLM

La technique de fusion laser sélective SLM (Selective Laser Melting) est une des méthodes de fabrication additive les plus courantes. Suivant la classification établie par la norme NF ISO 17296-2, elle fait partie de la famille de fusion sur lit de poudre [BAU16, OBA17]. Le procédé de fusion laser sélective, apparu vers la fin des années 1990, connaît aujourd'hui un essor important. Il est utilisé dans le prototypage rapide mais aussi comme procédé de fabrication directe de pièces.

Cette technique a été développée en premier par M. Fockele et D.Schwarze de F & S Stereolithographietechnik GmbH avec FER. Meiners, K. Wissenbach, et G. Andres de Fraunhofer ILT. Ce sont les premiers inventeurs avant que le brevet de cette technologie soit déposé pour la première fois en 1997 auprès de l'office allemand des brevets [YAP15].

Le procédé SLM s'adresse à un grand nombre de secteurs d'activités. On citera la plasturgie, le dentaire, le militaire, l'aéronautique, le spatial et l'armement. On compte six constructeurs de machine sur le marché qui sont : SLM Solution, EOS, 3DSystems, Concept Laser, Renishaw et Realizer [PIL16].

Ce procédé intéresse grandement la communauté scientifique notamment pour l'étude des différentes propriétés générées par le procédé sur les structures obtenues. Il est applicable sur une large gamme de matériaux qui font l'objet de nombreux articles scientifiques en particulier : les aciers, le titane et ses alliages, les alliages base nickel, en un second degré les alliages d'aluminium et les alliages base cobalt... [YAP15].

Une attention particulière est portée à cette technique qui représente exclusivement le mode de fabrication utilisé dans ce travail de thèse. Dans ce qui suit, une description plus détaillée de la méthode est développée pour mettre en évidence sa particularité.

2.3.1. Principe

Dans la technique de fusion laser sélective, le matériau de base utilisé est sous forme de poudre qui est versée et dispersée par un racleur venant étaler les particules de poudres.

Le principe de la technique consiste à fondre de la poudre sélectivement en balayant un faisceau laser sur des sections spécifiques d'un lit de poudre (Figure I.1) qui ont été préalablement déterminées et établies à partir des fichiers CAO et STL (fichiers de maillage). Une fois la première couche lasée, le plateau de fabrication est abaissé d'une épaisseur égale à l'épaisseur de couche et le racleur vient étendre une nouvelle couche de poudre sur la précédente qui est quant à elle déjà solidifiée sur des sections spécifiques. Le plateau de fabrication est préchauffé pour limiter le refroidissement rapide des couches. Toute l'opération est réalisée sous atmosphère contrôlée en présence de gaz neutre qui est généralement de l'argon ou de l'azote. Ainsi la fabrication se poursuit couche par couche jusqu'à l'obtention du massif en 3D avec la géométrie et les dimensions précédemment définies dans le fichier CAO [PIL16]. Le principe général de fonctionnement du procédé de fabrication additive SLM est montré en Figure I.1 [THO15].

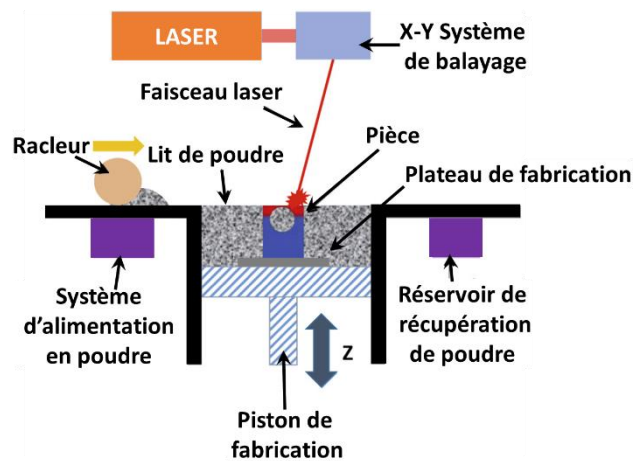


Figure I.1 : Schéma de Principe de fonctionnement de la technique de fusion laser sélective sur lit de poudre [THO15]

On note que pour certaines pièces massives, il sera nécessaire de laser des supports d'édification en même temps que la pièce, qui seront positionnés entre cette dernière et la plateforme de fabrication. Les supports et la pièce se trouvent donc immergés dans de la poudre non fusionnée en fin de fabrication.

La pièce est par la suite séparée des supports par usinage manuel ou usinage par décharge électrique et envoyée aux opérations de post-traitements tels que les traitements thermiques et les traitements de surface afin de pallier les problèmes de contraintes résiduelles dus au refroidissement rapide et à l'aspect de surface (rugosité élevée). Comme pour toutes les techniques de fabrication additive, la dernière étape, appelée étape de contrôle, consiste à évaluer les différentes propriétés de la pièce.

2.3.2. Paramètres du procédé

On compte plusieurs paramètres liés au procédé de fusion laser sélective pouvant impacter la qualité et les propriétés de la pièce finale [PIL16], on citera :

- La poudre :

Les particules de poudre sont en général élaborées par procédé d'atomisation au gaz. La forme et la taille des particules obtenues sont d'une grande importance et ont une influence sur le degré de fusion de la couche lors du procédé de fabrication SLM. Des particules fines facilitent la mise en couche et favorisent l'obtention d'une couche dense, la distribution de la taille des particules doit avoir une allure gaussienne. Pour le cas idéal, la forme des particules doit se rapprocher le plus possible de la forme sphérique.

L'absorbance de la poudre joue également un rôle important dans l'énergie apportée dans le procédé. Elle reflète théoriquement le rapport du flux d'énergie absorbée par rapport au flux d'énergie émis par le laser. Pour un même matériau, l'absorbance d'une poudre est généralement plus importante que celle d'un massif. On cite que l'absorbance d'une poudre de Titane est de 70% alors qu'elle n'est que de 30% pour le matériau à l'état massif [YAP15].

Les conditions de stockage influent également sur la qualité de la poudre. Le taux d'humidité et d'oxygène doivent être minimisés et c'est pour cette raison qu'il est recommandé de procéder à un étuvage de la poudre avant chaque fabrication.

- Les paramètres liés au laser :

Contrairement au procédé SLS qui utilise un laser CO_2 avec une longueur d'onde de $\lambda=10.6 \mu m$, le laser utilisé pour le procédé SLM est de type Nd :YAG avec une longueur d'onde de $\lambda=1064 \text{ nm}$. En diminuant la longueur d'onde d'un facteur 10, l'énergie apportée par le laser Nd :YAG est donc significativement augmentée, ce qui augmente l'énergie absorbée par la poudre. Ce laser fonctionne en mode continu.

Les paramètres du laser établis dans le fichier STL sont la puissance, la vitesse et l'espacement entre deux passes laser successives.

La puissance « P » peut varier de 50 à 1000 W selon les machines et on peut avoir jusqu'à quatre sources laser qui travaillent simultanément. Plus la puissance du laser est grande plus la densité d'énergie apportée dans la poudre est importante.

La vitesse de balayage « V mm/s » du laser correspond à la vitesse de déplacement du spot sur le lit de poudre. Plus cette vitesse est lente, plus le temps d'interaction faisceau laser/matière est important et par conséquent on apporte plus d'énergie. On précise que la taille du spot est considérée constante quand le laser se déplace le long du lit de poudre grâce à une lentille à champ plat qui focalise le faisceau.

L'espacement entre passes (ou distance entre passes) appelé également « écart vecteur d en μm » est fonction de la largeur de la passe L_c et du taux de recouvrement T_r qui est en pourcentage par rapport à L_c . Plus l'espacement entre deux passes est faible, plus le taux de recouvrement entre deux passes est marqué (Figure I.2). L'écart vecteur suit donc la formule suivante :

$$d = L_c \left(1 - \frac{T_r}{100} \right) \quad (\text{eq1.1})$$

Si le taux de recouvrement T_r est nul alors $d=L_c$. On note que la largeur de la passe L_c ne correspond pas nécessairement à la taille du spot laser puisque les autres paramètres dont la puissance et la vitesse influent sur cette grandeur.

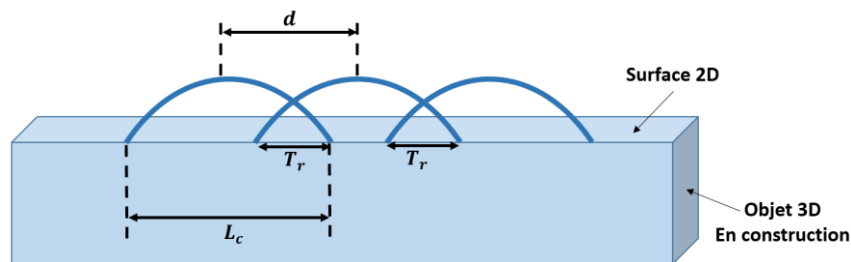


Figure I.2 : Illustration des longueurs géométriques : espacement entre passes d , largeur de la passe L_c et taux de recouvrement T_r [PIL16]

- La stratégie de fabrication et l'épaisseur de couche :

Actuellement il y a deux stratégies largement utilisées pour éviter des distorsions importantes des massifs élaborés :

- La stratégie croisée pour laquelle on change de direction de laser en passant d'une couche à une autre avec des passes qui restent parallèles dans la même couche.
- La stratégie en damier pour laquelle on change de direction des passes laser sur la même couche suivant des zones sélectives dans des carrés.

La Figure I.3 schématise la différence entre les deux stratégies identifiées ci-dessus.

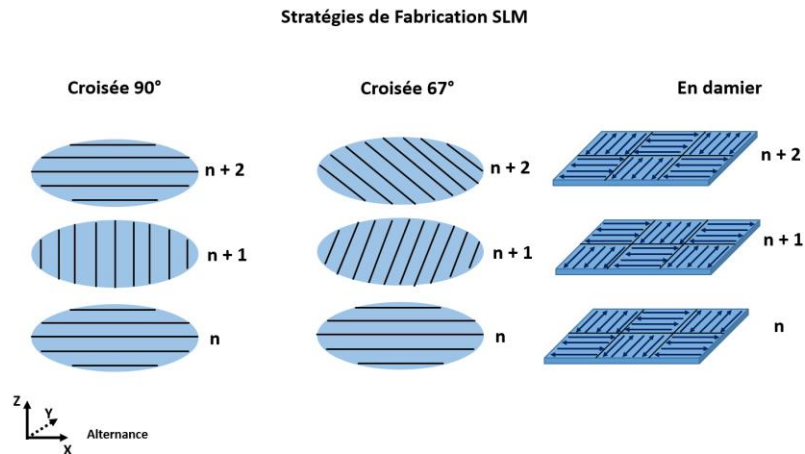


Figure 1.3 : Stratégies de construction du laser : Croisée et en Damier [PIL16].

En passant d'une couche à la suivante, une certaine épaisseur « e » est prédéterminée et introduite dans le fichier STL. Elle est de l'ordre de 20 à 50 μm pour les procédés SLM. Cette épaisseur impacte directement la quantité d'énergie apportée car pour les mêmes paramètres laser, moins cette épaisseur est grande plus la densité d'énergie apportée est importante et ainsi la densité de la pièce finale. Plus l'épaisseur de la couche est fine plus on augmente la précision, en contrepartie plus le temps de fabrication sera long.

- Les contours, l'enveloppe et le cœur :

En général une pièce en 3D n'est pas construite suivant la même paramétrie dans tout son volume. Les paramètres de fabrication préconisés par le constructeur diffèrent entre le cœur de la pièce et les contours extérieurs. Il y a aussi ce qu'on appelle l'enveloppe comportant la peau supérieure et la peau inférieure correspondant aux zones en contact avec la poudre non fondue en fin de fabrication.

En fixant des paramètres adéquats du laser, il faut utiliser une énergie moindre pour la peau inférieure comparativement au cœur et une énergie plus importante pour la peau supérieure afin de favoriser de bonnes propriétés de la surface de la pièce.

- Les post traitements :

On a déjà cité que l'un des avantages majeurs des techniques de fabrication additive est la fabrication en une seule étape sans avoir recours aux opérations de post-fabrication telles que le soudage, l'usinage et le perçage. Néanmoins, il est inévitable, pour le procédé SLM en particulier, de procéder aux opérations de post-traitement pour remédier aux problèmes de contraintes résiduelles dues au refroidissement rapide. Les traitements les plus récurrents sont le traitement thermique de revenu de détensionnement, la compression isostatique à chaud comme solution aux problèmes de porosité et les traitements de surface pour le problème de rugosité.

2.3.3. Paramètres du procédé SLM dans le cas de poudres en alliages base cobalt

Les alliages base cobalt élaborés par procédé SLM intéressent grandement la communauté scientifique durant ces dernières années et fait l'objet de plusieurs articles. L'alliage principalement étudié est l'alliage de cobalt-chrome-molybdène (CoCrMo) et ses différentes propriétés sont évaluées suivant différents paramètres selon les machines utilisées. Parmi les paramètres du procédé SLM

précédemment énumérés, les différents travaux se sont focalisés sur la puissance et la vitesse du laser, la distance entre passes et l'épaisseur de couche.

Les différentes propriétés étudiées englobent la densité des pièces obtenue, la résistance à la corrosion, la résistance à la traction et à la compression, l'étude de la microstructure de l'échelle nanométrique à l'échelle macrométrique, la résilience, la résistance la fatigue et la résistance à l'usure.

Afin de comparer les différents paramètres donnés dans les travaux de la littérature, les auteurs utilisent une grandeur définissant la notion de densité d'énergie volumique du procédé E_{SLM} dont la formule prend la forme :

$$E_{SLM} (J/mm^3) = \frac{P (W)}{V(mm/s) \cdot d(mm) \cdot e(mm)} \quad (eq1.2) [DAR18, PIL16]$$

avec :

P (W) : puissance du laser

d (mm) : distance entre passes

V (mm/s) : vitesse de balayage du faisceau laser

e (mm) : épaisseur d'une couche

Les paramètres utilisés dans différents travaux bibliographiques ainsi que la densité d'énergie volumique calculée selon l'équation précédente sont récapitulés dans le Tableau I.2. On peut donc constater que la densité d'énergie volumique E_{SLM} varie dans une très large gamme allant de 50 à 300 J/mm³ laissant supposer que les microstructures et les propriétés mécaniques des alliages qui découlent de ces paramètres seront différents.

Tableau I.2 : Energies du procédé SLM pour les alliages CoCrMo suivant différents travaux.

Référence	Cas	P(W)	V(mm/s)	d(μm)	e(μm)	$E_{SLM} (J/mm^3)$
Wang et al [WAN18]	Configuration optimale	335	1110	80	40	94
Darvish et al [DAR18]	min	180	700	30	125	69
	max	360	700	30	125	137
Liverani et al [LIV16]	Partie interne	126	700	50	20	180
	Partie externe	90	1200	70	20	54
Hong et al [HON16]	/	200	128,6	100	50	311
Qian et al [QIA15]	Type1	190	800	100	20	119
	Type2	190	535	140	40	63
Tarasova et al [TAR15]	/	200	400	100	50	100
Takaichi et al [TAK13]	Min	75	50	300	50	100
	Max	200	50	100	50	800

Pour exemple, Takaichi et al [TAK13] étudient l'influence des paramètres du procédé sur la densification de la pièce finale pour des densités d'énergie volumique comprises entre 100 et 800 J/mm³. Ces auteurs montrent qu'en variant la puissance de la source laser et l'espacement entre passes, les autres paramètres restant identiques, une densification de la poudre plus importante est obtenue pour une énergie de $E=267 J/mm^3$ que pour une énergie de $E=300 J/mm^3$ comme montré sur la Figure I.4 dans laquelle on observe des sections transverses prises par microscope optique.

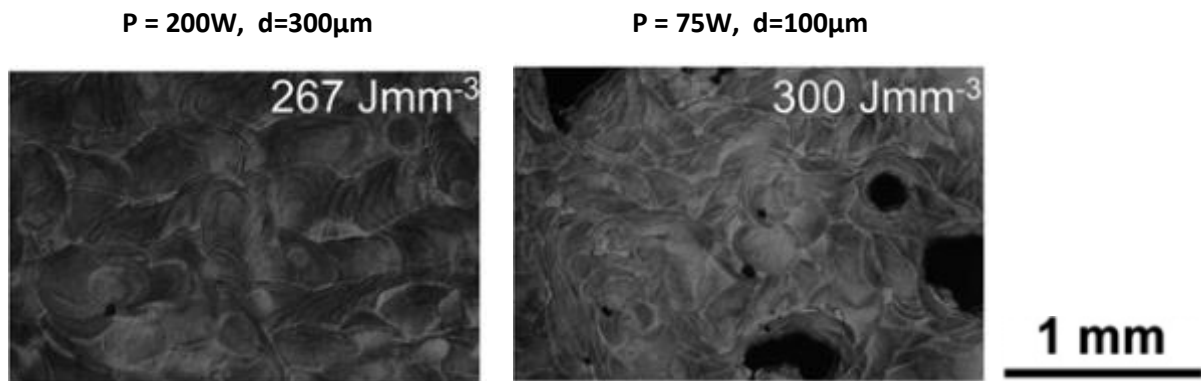


Figure 1.4 : Section transverses par MO sur deux échantillons en CoCrMo élaborés par SLM suivant 2 paramètres différentes (variation de puissance et de la distance entre passes) [TAK13]

Les auteurs expliquent ce constat par le fait que pour le cas de $E=267 \text{ J/mm}^3$ ($P=200 \text{ W}$, $d=300 \mu\text{m}$), la puissance relativement élevée (200 W) implique une largeur de la zone fondue plus importante que l'espacement $d=300 \mu\text{m}$ et donc un flux de chaleur important. Ce dernier cependant est moins important pour $E=300 \text{ J/mm}^3$ ($P=75 \text{ W}$, $d=100 \mu\text{m}$) et la largeur de zone fondue est de ce fait très proche de l'espacement $d=100 \mu\text{m}$. La distribution de la température autour du spot laser suit une allure gaussienne. Quand on s'éloigne du centre du spot, cette gaussienne décroît plus rapidement pour une faible puissance ($P=75 \text{ W}$) comparativement à une plus grande puissance ($P=200 \text{ W}$).

Ce même phénomène est observé dans les travaux de Liverani et al [LIV16] lorsqu'ils font varier les paramètres du procédé SLM qui interviennent dans l'équation de la densité d'énergie volumique (eq 1.1). Ils mettent en évidence que ces paramètres n'impactent pas la densité finale de l'échantillon massif avec la même intensité. La variation de la distance entre passes a un effet significatif seulement pour de grandes vitesses de déplacement et de grandes puissances. Comme pour Takaichi et al [TAK13] la distance entre passes est un paramètre moins influent.

Liverani et al quantifient l'influence des trois paramètres du procédé en termes de pourcentage (Figure 1.5) et indiquent que le paramètre dont la variation impacte le plus la densité finale de la pièce est bien la vitesse de balayage du laser à raison de 64% [LIV16].

Influence des paramètres SLM sur l'alliage CoCrMo

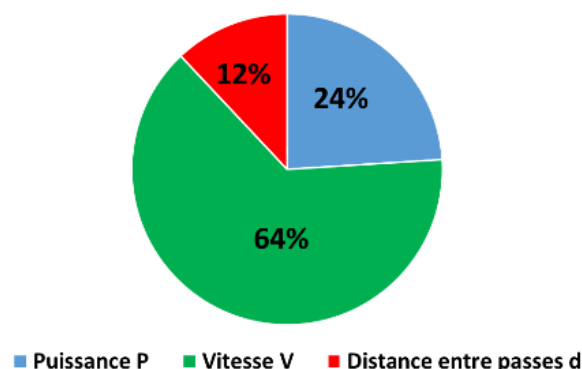


Figure 1.5 : Influence des paramètres du procédé SLM (puissance, vitesse, distance entre passe) sur la densité finale [LIV16]

Après avoir étudié différentes propriétés sur les pièces en alliage base cobalt élaborées par procédé SLM, on constate que la densité d'énergie apportée calculée via l'équation eq1.1, n'est qu'indicative et ne renseigne pas de manière exacte le comportement des particules de poudre lors de la fusion laser ni le comportement de la pièce une fois solidifiée.

En première lecture, on peut donc conclure que si l'on veut utiliser l'équation de densité d'énergie, il sera préférable d'inclure la largeur de passe « L_c » au lieu de la distance entre passes « d » (Figure I.2). Cependant, la largeur de passe « L_c » est difficile à déterminer puisqu'elle-même est fonction de la puissance.

2.3.4. Flux thermique dans le procédé SLM

La compréhension du procédé SLM nécessite la compréhension de la thermique du procédé qui a largement intéressé la communauté scientifique ces dernières années. Des auteurs discutent les premières approches de la distribution de la température ainsi que l'histoire thermique dans les couches suite à l'apport de l'énergie thermique introduite par le laser. Ces approches sont souvent élaborées par des modèles éléments finis. Certains articles étudient l'influence de la thermique du procédé sur la microstructure obtenue des matériaux.

Il est montré que le passage du laser sur une couche impacte non seulement la dernière couche déposée mais aussi les couches précédentes qui sont déjà solidifiées [LIU18]. Ce phénomène permet la refusion des couches sous-jacentes et donc impacte directement la microstructure au niveau de la taille des grains et au niveau des joints des bains de fusion. En utilisant un modèle basé sur l'équation de la chaleur considérant le cas simple d'une seule passe laser sur une poudre métallique en acier 316L, Lui et al [LIU18] montrent que le passage du laser sur la 3ème couche impacte la 1ère couche mais également le substrat. Les températures atteintes sont alors de 108-766°C dans le substrat et 766-1415°C dans la première couche telles que montrées en Figure I.6, tandis que la température est de 2732°C au niveau du bain de fusion.

Par ailleurs, en utilisant un modèle éléments finis, Luo et al [LUO20] mettent en évidence la notion de cyclage thermique lors du procédé SLM sur de l'inconel 718 pour des épaisseurs de couches de 50µm. Les auteurs montrent l'évolution de la température d'un point situé à la surface du substrat lors de chaque passage du laser pour construire une couche subséquente (Figure I.7- chaque pic de température indique le passage du laser). Le laser impacte au moins 3 sous-couches lors de la fusion d'une couche de poudre et aussi 2 à 3 passes laser voisines sur une même couche. Les auteurs considèrent que l'effet radiatif du spot laser n'a plus d'impact à partir de la 10^{ème} couche.

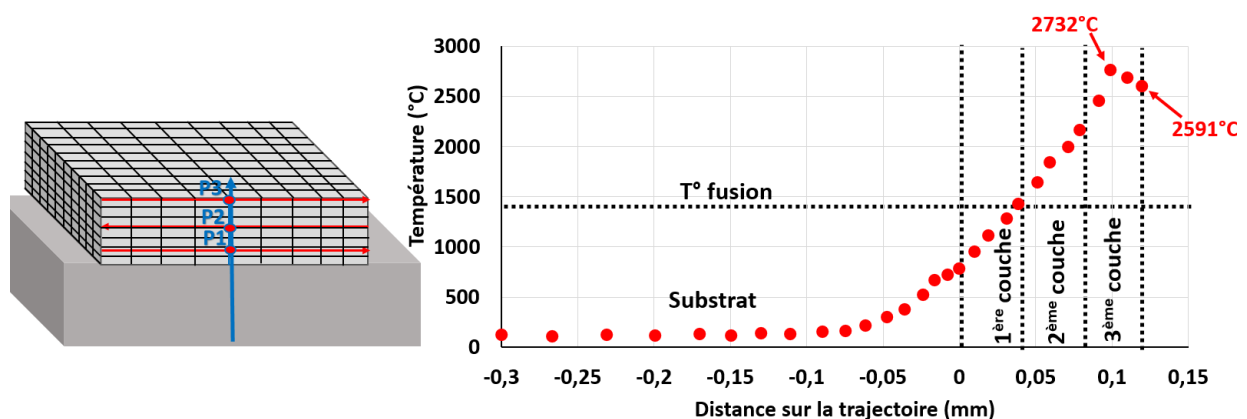


Figure I.6 : Distribution de la température dans l'épaisseur lors de fusion de la 3ème couche pour un acier 316L [LIU18].

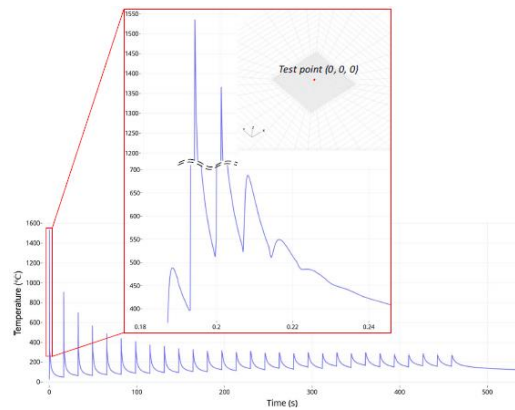


Figure 1.7 : Historique de la température sur un point de surface supérieur du substrat pour la fusion d'une poudre Inconel 718 par SLM [LUO20].

2.4. Difficultés et limites de la fabrication additive

La fabrication additive apporte des progrès et offre plusieurs avantages et solutions dans la conception des pièces comparativement aux procédés classiques d'élaboration, notamment la simplicité du processus de fabrication, la complexité des pièces à concevoir et la rapidité de fabrication. En dépit des vertus de la fabrication additive on peut compter d'innombrables difficultés liées à la topologie ou/et les performances de la pièce à différentes échelles et qui peuvent être rencontrées tout au long du processus de fabrication incluant toutes les étapes de fabrication en partant de la nature du matériau de base, de l'étape de conception et jusqu'à la pièce finale. Même les performances de la machine de fabrication influent directement sur la qualité des pièces obtenues d'où la nécessité d'un entretien permanent.

Dans ce qui suit, on citera quelques obstacles à la qualité des pièces finies élaborées par procédé SLM :

Problème de porosité : La porosité est représentée par le volume relatif laissé par les espaces vides dans la structure. Il y a deux types de pores qui peuvent être observés : ceux qui sont ouverts et communiquent donc directement avec la surface extérieure et ceux qui sont fermés et inclus dans le volume de la structure. En fabrication additive l'apparition des pores peut avoir plusieurs origines :

- Un taux d'humidité élevé dans la poudre ou une hétérogénéité dans la distribution des particules de poudre sur le lit de poudre peut entraîner de la porosité dans la pièce finale. Il peut aussi y avoir, après fusion de la poudre et solidification et donc transformation de celle-ci en un massif, une hétérogénéité dans le volume de la pièce obtenue.
- On peut aussi avoir des particules de poudre non fondues ou présence de bulles d'air dans le volume et dans ce cas il ne s'agira plus de porosité mais plutôt d'inclusions.

Tous ces facteurs jouent sur la densité finale du matériau qui peut être distribuée de manière hétérogène. Les porosités et inclusions dans le volume entraînent par la suite un problème de densité et de diminution des propriétés mécaniques de la pièce obtenue. On cite à titre d'exemple, Davydova et al [DAV16] qui élaborent un massif par procédé SLM en partant de particules de bore revêtues finement avec un alliage de cobalt. Ils n'ont obtenu que 63% de densité relative, ce qu'ils attribuent au volume insuffisant du liant dans la même passe ou entre passes laser et aussi aux hautes températures et vitesses de refroidissement impliquant une fusion locale partielle. Ils observent des pores dans les sections transverses comme montré en Figure 1.8.

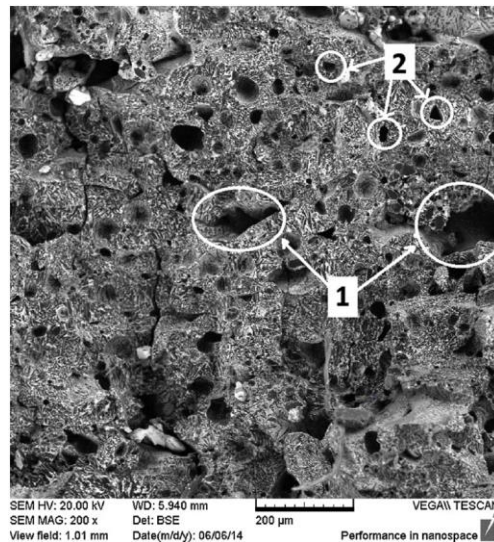


Figure I.8 : Section transverses par MEB : 1)pores dus au procédé SLM, 2)pores dus au découpage et meulage [DAV16]

Effet keyhole : Cet effet est la conséquence d'une d'énergie trop importante apportée par le laser impliquant des températures dans le bain de fusion excédant la température de vaporisation du matériau. Ce phénomène conduit à des cavités dans le volume du matériau par dépression locale lors du refroidissement après emprisonnement de bulles de gaz. Des auteurs [KIN14] montrent cet effet en Figure I. 9 sur laquelle est présentée une section transverse sur 3 différents niveaux d'une passe laser.

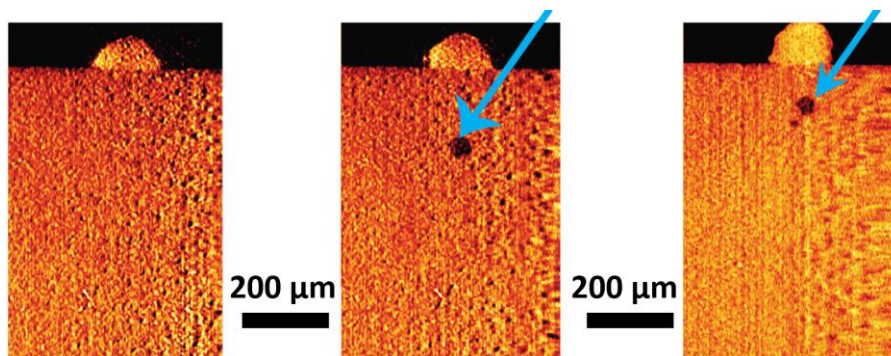


Figure I. 9 : Effet Keyhole montré sur des sections transverses prises sur différentes régions d'un échantillon le long d'une passe laser [KIN14]

Effet Balling : Au cours du procédé de fabrication, ce phénomène se produit lors du dépôt d'une nouvelle couche qui vient appliquer des contraintes importantes sur la couche précédente en plus de sa refusion partielle ou totale ce qui provoque un effet de fragmentation au niveau de la couche. Pour les procédés SLM, cet effet est assez fréquent et se manifeste particulièrement lorsque les paramètres machine ne sont pas réglés de manière optimale. Il peut compromettre ou carrément provoquer l'arrêt de la procédure de fabrication. Il est montré que l'effet Balling augmente la rugosité puisqu'il augmente les irrégularités de surface et il est d'autant plus important sur les couches subséquentes, c'est-à-dire quand le nombre de couches augmente [YAP15].

Lorsqu'ils introduisent par procédé SLM une passe laser en alliage CoCrW sur le plateau de fabrication, les travaux de Hong et al [HON16] mettent en évidence cet effet qui est plus ou moins marqué selon que l'énergie linéique apportée soit plus importante ou moins importante. Cette énergie linéique est le simple rapport puissance sur vitesse comme on introduit qu'une seule passe. Elle est considérée

faible entre 0,9 et 1,3 J/mm et élevée entre 6,5 et 10 J/mm³ par rapport aux paramètres optimaux comme montré sur la Figure I.10.

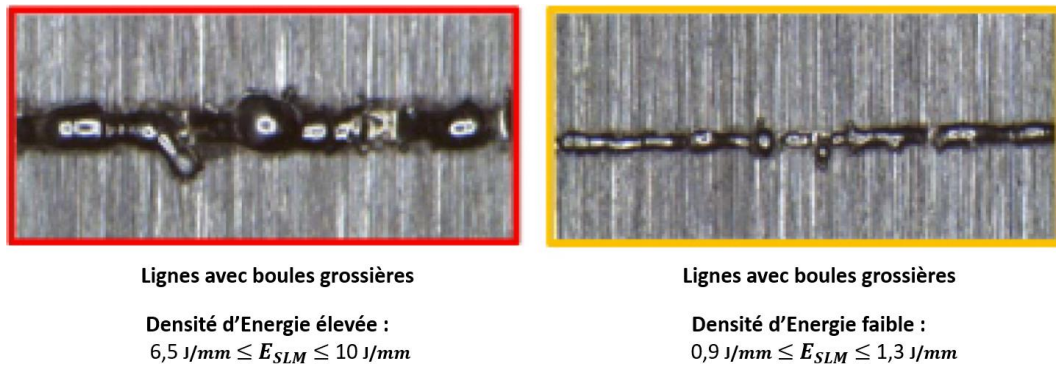


Figure I.10 : Effet balling : A) lignes avec des boules grossières, b) lignes avec de fines boules et fusion partielle [HON16].

Contraintes résiduelles : Les contraintes résiduelles représentent des défauts d'origine métallurgique et se manifestent par une modification de la géométrie de la pièce pendant ou après fabrication. Les principaux effets des contraintes résiduelles sont les écarts de forme et de dimensions, le délaminage, la fissuration induite par les contraintes et la croissance accélérée des fissures, qui conduit à une rupture précoce par fatigue. Elles sont dues à l'emprisonnement de la chaleur pendant le procédé ou à un manque de supports de pièces, surtout pour les pièces massives. Elles ont pour origine un gradient de contraintes thermiques qui est dû au refroidissement non homogène de la pièce, à une distribution hétérogène dans l'enceinte de fabrication ou à un mauvais préchauffage de la machine comme la température de préchauffage du plateau. Mugwagwa et al [MUG18] étudient, pour le procédé SLM, l'impact des contraintes résiduelles sur la distorsion de la pièce en acier à outil obtenues par fabrication additive en faisant varier les paramètres de fabrication. Ils montrent que la distorsion est d'autant plus importante que la vitesse du laser augmente, ce qui est dû aux contraintes thermiques et aux taux de refroidissement qui deviennent plus marqués. D'autre part, la distorsion diminue lorsque l'épaisseur des couches augmente. La Figure I. 11.a montre des relevés de valeurs de distorsion d'une pièce qui a subi de la flexion à l'issue du procédé.

Pour faire le lien avec le premier point du paragraphe (problème de porosité), les auteurs ont également montré dans leurs travaux qu'une épaisseur importante de couche augmente le taux de porosité, et comme la distorsion diminue lorsque l'épaisseur d'une couche augmente, ceci implique que cette distorsion a tendance à diminuer avec l'augmentation du taux de porosité (Figure I. 11b).

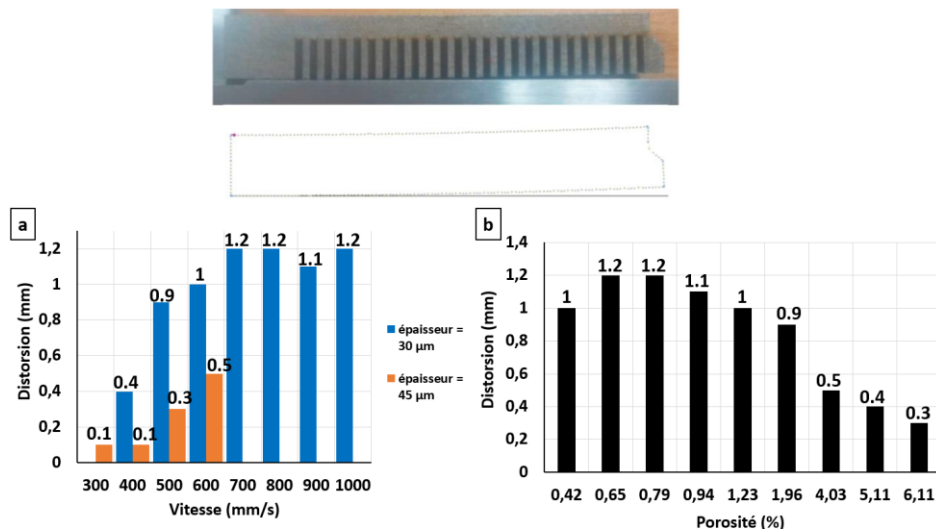


Figure I. 11 : Résultats de distorsion d'une pièce fabriquée par SLM : a) Influence de la vitesse de balayage , b) Influence de la porosité [MUG18]

2.5. Construction Laser Additive Directe CLAD (en anglais Direct Laser Deposition DLD)

La technique de construction laser additive directe est une technique de fabrication additive qui constitue plus précisément une sous-catégorie des méthodes de dépôt de matière sous énergie concentrée (Tableau I.1). Cette technique nous intéresse particulièrement car, contrairement au SLM, elle est très utilisée dans le contexte de revêtement. Ce procédé est le plus souvent employé pour réaliser des revêtements métalliques sur des substrats afin d'améliorer les propriétés de la surface et plus particulièrement la résistance à l'usure et la corrosion. Il peut être utilisé comme procédé de rajout de matière sur des pièces de surface défailantes, auquel cas on parlera de rechargement. Quand le procédé d'élaboration des revêtements est dit par laser, on fait référence à la technique CLAD particulièrement.

2.5.1. Principe

Un faisceau laser est focalisé sur la surface d'un substrat simultanément avec l'arrivée de la poudre qui est alimentée et projetée sur la surface via une tête de déposition qui est composée d'une ou plusieurs buses. Au fur et mesure que la poudre est déposée, le laser apporte une énergie nécessaire pour fondre les particules de poudre le long de sa trajectoire. Il y a donc création d'un bain de fusion le long de la trajectoire du laser. Une fois la première couche construite, le plateau de fabrication est déplacé et l'opération est répétée pour réaliser la couche suivante [THO15].

L'opération de fabrication est réalisée sous atmosphère contrôlée avec présence d'un gaz neutre. La température peut être contrôlée via une caméra infrarouge. Le principe de la technique est montré sur le schéma de la Figure I. 12.

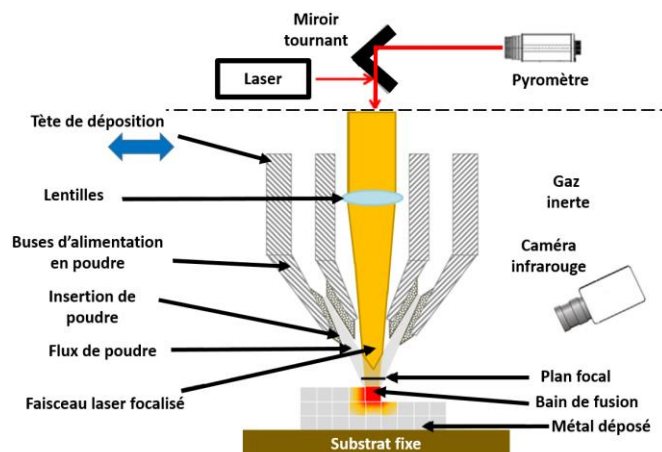


Figure I. 12 : Principe de la technique de Construction Laser Additive Directe [THO15]

2.5.2. Paramétrage du procédé dans le cas des alliages base cobalt

Les paramètres du procédé CLAD qui influent sur la qualité du produit final sont multiples et certains sont communs avec ceux du procédé SLM. Parmi les plus influents, on peut énumérer : La vitesse du laser, la stratégie de balayage du laser, la taille du spot laser, la distance entre passes, l'épaisseur de couche, le débit de poudre, l'intervalle de passage du laser entre deux couches successives.

En s'appuyant sur les différents travaux de la littérature, le Tableau I. 3 présente, dans le cas des alliages base cobalt, une comparaison entre les ordres de grandeurs des paramètres du procédé CLAD et ceux du procédé SLM afin de différencier les principales caractéristiques des deux techniques.

Tableau I. 3 : Tableau comparatif des ordres de grandeur des paramètres du procédé SLM et CLAD. Hong et al [2016], Wang et al [2018], Song et al [2018], Qian et al [2015], Takaichi et al [2013], Darvish et al [2018], Liverani et al [2016], Davidova et al [2016], Tarasova et al [2015], Hong et al [2016], Tuomien et al [2015], Hutasoit et al [2015], Kusmoko et al [2014], V.Ocelik et al [2007], Houdkova et al [2017], Cabrol et al [2015]

Paramètre	SLM	CLAD
Type	Lit de poudre	Projection de poudre
Granulométrie de poudre (μm)	22-45	45-150
Débit de poudre (g/min)	/	2 - 30
Taille du spot laser (μm)	70-150	3300-4400
Puissance (W)	126-200	938-4400
Vitesse (mm/s)	50-1200	8-18
Épaisseur des couches (μm)	20 - 50	350 - 1600

On note que, comparativement au procédé SLM, le procédé CLAD est une technique qui implique une échelle de moindre précision. Tout d'abord, dans la technique CLAD la poudre employée comme matière de base est de granulométrie relativement grossière. La taille du spot laser est nettement plus importante dans le cas du CLAD et est de l'ordre du millimètre, ce qui entrainera nécessairement une taille de quelques millimètres aussi pour le bain de fusion formé. Néanmoins, le temps de fabrication pour le procédé CLAD est plus court puisque les épaisseurs des couches sont beaucoup plus importantes. De ce fait, les délais de fabrication de pièces par ce procédé sont courts, en contrepartie la précision géométrique est diminuée.

La technique SLM emploie des paramètres et des réglages géométriques plus complexes et plus variés que le procédé CLAD. D'un autre côté, ce n'est pas le même paramétrage qui impacte la fabrication

puisque le cas CLAD travaille avec projection de poudre, le débit d'alimentation en poudre est pris en considération tandis que ce débit est nul pour le procédé SLM étant donné que la poudre est étalée à priori par le racleur. Ceci entraîne nécessairement des différences quant aux propriétés des pièces finales et aussi la porosité dans le volume de la pièce.

3. Le cobalt et ses alliages

Le cobalt est utilisé depuis l'antiquité vers 2500 avant J-C, en Mésopotamie et en Égypte, sur des verres bleuâtres qui tiennent leur couleur de l'oxyde de cobalt. Le cobalt a ensuite été pratiquement employé comme colorant à Venise grâce à P. Weidenhemmer qui a conçu ce colorant depuis le minerai de cobalt vers 1520. Par la suite, l'élément métallique cobalt a été isolé par le Suédois G. Brandt (1735) [HAB79, DEL09].

Quant aux alliages base cobalt comprenant les alliages cobalt-chrome et cobalt-chrome-tungstène, ils n'ont été brevetés qu'au début des années 1900. Les alliages base cobalt furent nommés Stellites et ont été développés par l'américain E. Haynes. Ils sont connus pour leurs bonnes propriétés de résistance à l'usure et à la corrosion, et de ce fait sont très utilisés dans les machines-outils, les prothèses dentaires et en tant que rechargements pour toutes les applications nécessitant de bonnes propriétés de surface et une bonne résistance à l'usure [SIM87].

Le cobalt pur cristallise à température ambiante dans une structure Hexagonale Compacte (ϵ HC), sa température de transformation allotropique est de 417°C (Figure I.13). Au-dessus de cette température, la phase stable est la phase γ avec une structure cristallographique Cubique à Faces Centrées (γ CFC). Cette phase est omniprésente jusqu'à la température de fusion de 1495°C [DAV00, HAB79]. Les paramètres de la maille cristalline pour les deux structures sont montrés au Tableau I.4. On note que selon les auteurs la phase CFC à haute température du cobalt est appelée phase γ ou phase α .

Pour les diagrammes Co-Cr, le terme γ CFC est préférentiellement employé dans la littérature pour parler de la phase CFC du Co et pour le diagramme d'équilibre Co-Fe (paragraphe 3.2). Nous emploierons préférentiellement α CFC pour éviter la confusion avec la phase γ CFC du fer.

Tableau I.4 : Paramètres de maille pour les deux structures cristallographiques du Cobalt [HAB79]

structure	HC		CFC
Paramètre de maille	a(Å)	c(Å)	a(Å)
	2.5071	4.069	3.544

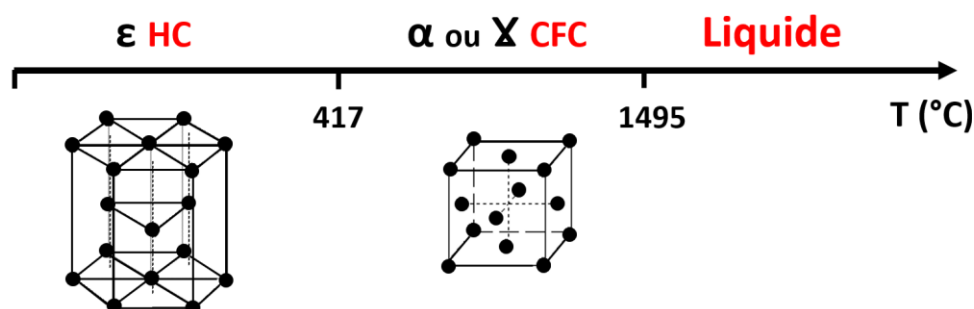


Figure I.13 : Formes allotropiques du cobalt pur

3.1. Les alliages base cobalt

Les éléments d'addition sont ajoutés au cobalt et leur teneur est ajustée pour conférer au matériau les propriétés désirées. En général, les alliages base cobalt renferment une quantité importante d'élément d'addition (jusqu'à 40 ou 50%). L'élément d'addition principal qu'on retrouve dans tous les alliages base cobalt est le chrome avec une teneur variant de 20 à 30%. A ce dernier viennent s'ajouter d'autres éléments tels que le molybdène, le tungstène et le fer. Le chrome est très utilisé pour ses propriétés de résistance à la corrosion à haute température. Suivant les teneurs en éléments d'addition, on retrouve les différents grades de stellite dont les plus connus sont présentés dans le Tableau I.5 avec leurs compositions chimiques respectives. On note que le stellite 21 est actuellement le plus utilisé pour ses propriétés de résistance à l'usure [VAN04]. Le rôle des principaux éléments d'alliage dans la matrice de cobalt est résumé dans Tableau I.6. On cite que le carbone, bien qu'il soit ajouté en petite quantité, augmente la dureté via la formation de carbures, par conséquent sa teneur dans les alliages à base cobalt est faible.

Tableau I.5 : Composition massique de quelques alliages base cobalt [VAN04]

Grade	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn
Stellite 1	base	30	13	0.5	2.5	3	1.5	1.3	0.5
Stellite 6	base	29	4.5	< 1.5	1.2	< 3	< 3	< 1.5	< 1
Stellite 12	base	30	8.3	/	1.4	> 3	1.5	0.7	2.5
Stellite 21	base	27	/	5.5	0.25	< 3	2.75	< 1	< 1

Tableau I.6 : Rôle des principaux éléments d'alliage dans les stellites [VAN04, HAB79]

Elément	Rôle
Cr	Résistance à l'oxydation et la sulfuration Formation de carbures M_7C_3 , $M_{23}C_6$ Composés intermétalliques
C	Formation des Carbures MC, M_6C , $M_{23}C_6$, M_7C_3
Mo, W	Durcissement en solution solide Formation des Carbures MC, M_6C Composés intermétalliques M_3X , M_2X
Ni	Stabilisation de la matrice CFC Composés intermétalliques γ' , M_3X , M_2X
Al	Amélioration de la résistance à l'oxydation Composés intermétalliques CoAl
B, Zr	Amélioration de la résistance mécanique Formation de précipités aux joints de grains

3.1.1. Structures cristallographiques

La transformation allotropique observée à 417°C (ϵ HC/ YCFC) pour le cobalt pur, se produit à une température plus élevée pour les stellites qui contiennent environ 30% de chrome (celle-ci peut être lue ($T = 930^\circ\text{C}$) sur le diagramme cobalt-chrome (Figure I.14) [DAV00].

Le diagramme (Figure I.14) montre que le domaine d'existence de la phase YCFC s'étend jusqu'à 44%atomique en chrome pour des températures inférieures à 1495°C et supérieures à 775°C. Le chrome étant alphasène, le domaine d'existence de la phase CC est prédominant pour des teneurs atomiques en chrome excédant 72% et des températures supérieures à 100°C. Il existe également une phase σ de type CoCr ou Co_7Cr_8 à haute température ($>100^\circ\text{C}$) entre 54% et 72% en chrome. A

température ambiante le domaine est biphasé HC + CC. Des auteurs relèvent qu'il peut exister des transformations magnétiques, notamment pour le domaine des teneurs atomiques en chrome allant jusqu'à 35%.

De nombreux travaux montrent que suite à un refroidissement rapide l'alliage préserve une structure CFC (γ CFC) à température ambiante, dite également phase CFC métastable. Ce résultat est noté dans plusieurs travaux, notamment dans [ATA89] où un rechargement en stellite 6 est déposé sur acier suivant différents procédés : TIG, MIG et Laser. Dans les travaux de [HOU17], la présence de phase γ CFC est également mise en évidence pour des rechargements base cobalt déposés par pulvérisation thermique, refusion laser et procédé laser. L'obtention d'une phase γ CFC métastable à température ambiante serait donc liée à la vitesse de refroidissement rapide, intrinsèque aux procédés de soudage, qui ne permet pas d'atteindre l'équilibre thermodynamique. On note qu'il peut cependant coexister des phases γ CFC et ϵ HC après refroidissement, le taux de chacune des phases dépendant alors du procédé de fabrication [CAB15, HOU17].

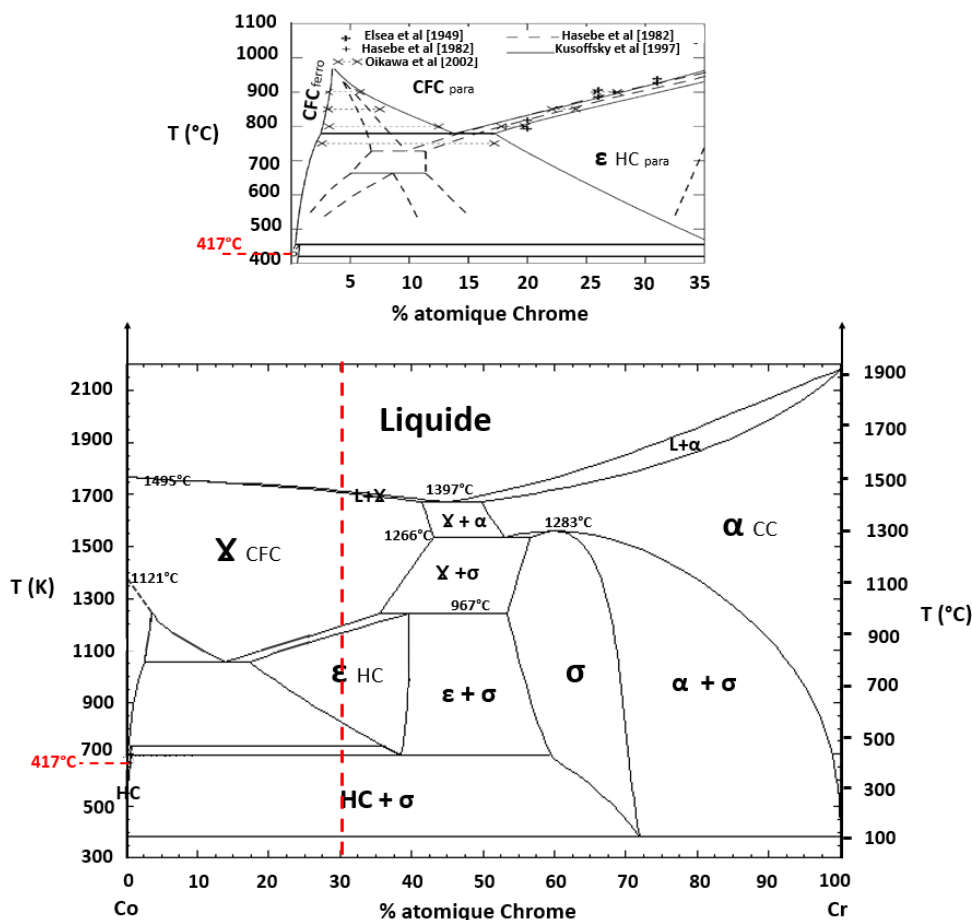


Figure I.14 : Diagramme de phases Co-Cr [ISH90,OIK02,COL21]

La transformation de la phase CFC (γ) métastable à basse température vers la phase stable HC (ϵ) peut être activée soit par traitement thermique de vieillissement isotherme réalisé à des températures comprises entre 650 et 950°C, soit par sollicitation mécanique qui implique la déformation plastique. Cette transformation est alors de type martensitique, elle est dite displacive se produisant sans diffusion. Cela a été étudié dans les travaux de [BEN11] dans lesquels montrent que la transformation

$\gamma_{CFC} \rightarrow \epsilon_{HC}$ se produit à température ambiante suite à une déformation plastique et la proportion de phase transformée évolue selon le type de chargement et donc de la contrainte appliquée.

3.1.2. Matrice

La matrice des rechargements en alliages base cobalt est dendritique avec une solution solide riche en cobalt. L'ajout d'éléments d'addition entraîne des modifications dans la maille cristalline et par conséquent des modifications de propriétés. Suite à l'introduction d'éléments d'alliage ou de solutés dans la matrice (atomes de solvant), la solution solide formée peut présenter une solution solide d'insertion ou de substitution selon les caractéristiques des atomes d'alliage introduits dans la maille originale :

- Les solutions solides d'insertion : Cela dépend essentiellement de la taille des atomes de soluté. Leur diamètre ne dépasse pas 60% du diamètre des atomes de solvant. Les atomes de soluté occupent alors les sites octaédriques ou tétraédriques.
- Les solutions solides de substitution : Pour que la substitution ait lieu, Hume-Rothery a énoncé certaines règles empiriques qui sont : la taille des 2 atomes ne doit pas différer de plus de 15%, les électronégativités des deux éléments doivent être voisines, en plus d'une différence de valences indiquant que c'est l'élément avec le nombre de valence le moins élevé qui joue le rôle de solvant [COR10]. Les atomes d'alliage remplacent ainsi certains atomes de la maille cristalline de base.

Dans le cas de la substitution, la taille des atomes de l'élément d'addition est un paramètre important. Plus l'écart entre la taille des atomes d'alliage et des atomes de base est élevé plus le durcissement structural est marqué. Les rayons atomiques des éléments constituant la nuance du stellite sont donnés dans le Tableau I.7 [PAU86]. Les données du Tableau I.7 conduisent à conclure que la maille des alliages de stellite est une solution solide de substitution des différents éléments d'alliage dans le cobalt, excepté le carbone qui se met forcément en insertion vu son rayon atomique très petit devant celui du cobalt. On note que les éléments qui contribuent le plus au durcissement structural sont dans l'ordre suivant : le carbone, le tungstène, le molybdène, le silicium [SIM87].

Tableau I.7 : Rayons atomiques des éléments d'alliages des stellites [PAUL86]

Élément	Co	Cr	W	Mo	C	Fe	Ni	Si	Mn
Rayon atomique (Å)	1.230	1.260	1.378	1.371	0.772	1.250	1.224	1.176	1.250
Différence de taille de rayon par rapport au cobalt (%)	/	2.44	12.03	11.46	37.23	1.63	0.49	4.39	1.63

Concernant les alliages base cobalt, on note une différence dans les limites des solubilités des éléments d'addition dans la matrice de cobalt CFC. Les limites de solubilité des éléments les plus durcissants sont : 5%, 19%, 18% et 15% pour le carbone, le molybdène, le tungstène et le silicium respectivement. Le fer, le manganèse et le nickel peuvent être totalement solubles ou présenter de grands domaines de solubilité - selon la température - dans la maille du cobalt CFC [SIM87].

3.1.3. Précipités

Selon l'élément d'addition prédominant, on peut avoir la formation de composés intermétalliques, la formation de carbures ou bien on peut avoir une totale solubilité de l'élément d'addition dans la matrice cobalt [SIM87, HAB79]. Les précipités présents dans les alliages base cobalt sont souvent des

carbures. Ces carbures précipitent aux joints interdendritiques et jouent un rôle important dans le durcissement, le rôle des composés intermétalliques dans ce dernier est moins marqué [HAB79]. Puisqu'on tend à augmenter la dureté dans les stellites, la teneur en carbone présent dans ce type d'alliages est plus importante que celle utilisée pour les alliages de fer et les alliages de nickel. Les principaux carbures qui précipitent dans les alliages de cobalt sont divisés en deux catégories :

- $M_{23}C_6$, M_3C_2 , M_7C_3 : présentant principalement des carbures de chrome. Le $M_{23}C_6$ précipite dans les joints interdendritiques des dendrites secondaires,
- M_6C , MC : qui présentent des carbures réfractaires. Le M_6C se forme lorsque le taux du molybdène et de tungstène est relativement élevé (de 4 à 6 %) [SIM 87, HAB79].

Le taux de carbures présents dans l'alliage dépend de la teneur en carbone ; On cite que les carbures présentent 30% du volume du matériau dans le cas du stellite 3 (2.4%C) et 13% pour le stellite 6B (1%C). Les carbures principaux formés sont des carbures primaires de chrome de type M_7C_3 et des carbures eutectiques de tungstène de type M_6C [DAV00]. La forme et la taille des carbures dépendent de la vitesse de refroidissement et par conséquent du procédé de fabrication comme montré sur la Figure I. 15 pour une microstructure de rechargements en stellite 1 obtenus par différents procédés de soudage. Des auteurs indiquent qu'il est important de lier la morphologie des carbures à la résistance à l'usure abrasive car cela affecte directement la taille des particules abrasives et le taux d'usure [DAV00].

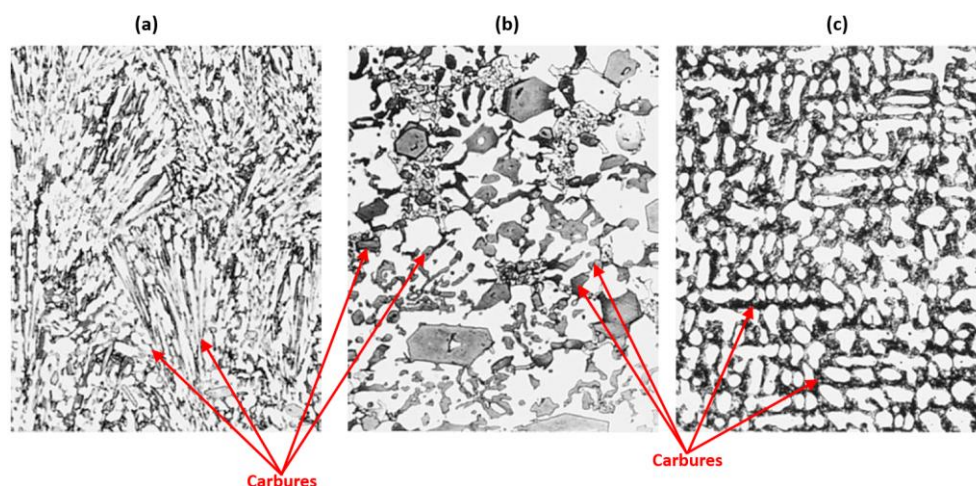


Figure I. 15 : Microstructure de revêtement obtenus par 3 procédés : a) GaZ Tungstène Arc, b) Oxyacetylene, c) Shielded Metal Arc [DAV00]

3.2. Formes allotropiques et transformation de phase

Comme dit précédemment, le cobalt pur et les alliages base cobalt cristallisent à température ambiante dans une structure Hexagonale Compacte (ϵ HC). La présence de la structure CFC, à température ambiante, indique que la vitesse de refroidissement à partir de températures supérieures à 500°C a été très rapide pour obtenir une structure γ CFC métastable.

Pour le cobalt pur, la présence de la structure γ CFC métastable avec sa faible énergie de fautes d'empilement engendre une haute limite élastique, un travail de durcissement élevé, une meilleure résistance à l'endommagement en fatigue sous contraintes cycliques en plus de l'aptitude à absorber de l'énergie suite à une contrainte mécanique en se transformant totalement ou partiellement en structure ϵ HC [BEN11, DAV00]. Cela nous amène à discuter de ce dernier point et mieux détailler la

transformation $\gamma_{\text{CFC}} / \varepsilon_{\text{HC}}$ dans le cas du cobalt et de ses alliages sous sollicitation mécanique qui implique une déformation plastique.

Pour les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, le maclage mécanique surtout à basse température et le glissement des dislocations partielles concurrencent le glissement des dislocations parfaites. La transformation de phase γ_{CFC} métastable en ε_{HC} peut donc se produire par un processus de cisaillement. C'est la présence importante de fautes d'empilement dans le γ_{CFC} métastable qui permet de trouver des germes pour cette transformation allotropique [HUA99, DAV00, HAB79]. On note que les transformations se produisent très rapidement avec une durée de transformation de l'ordre de 10^{-4} s et ne dépendent pas des mécanismes de diffusion, elles sont également appelées « transformation martensitique ». Le cisaillement qui conduit à la transformation de phase dans ce type de métaux ou d'alliage est une des voies d'accommodation de la déformation plastique. Quand la transformation est d'origine mécanique, on dit que la transformation est pilotée par les dislocations, exigeant le passage par une déformation plastique quand elle se produit à température ambiante.

L'apparition de nouveaux embryons de la phase ε_{HC} est aussi liée à l'effet de sursaturation des lacunes à partir des forces appliquées sur les dislocations et qu'on appelle les forces osmotiques. Ces forces permettent la nucléation de nouvelles boucles de dislocations et favorisent la montée des dislocations qui constituent les défauts d'empilement [HUA99]. Nishiyama a défini des relations d'orientation entre les plans de la phase mère et ceux de la nouvelle phase qui apparaît (γ_{CFC} en ε_{HC}) et qui sont :

$$(111)_{\text{CFC}} // (0001)_{\text{HC}} \text{ et } < 11\bar{2} >_{\text{CFC}} // (10\bar{1}0)_{\text{HC}} \text{ [BEN11, NIS78].}$$

Lors de la transformation de phase (γ_{CFC} en ε_{HC}) induite par plasticité, il y a dissociation d'une dislocation parfaite en dislocations partielles, le vecteur de Burgers b intervient et on a la relation d'orientation de type ci-après :

$$\begin{array}{ccccccc} \frac{1}{2}[10\bar{1}] & \rightarrow & \frac{1}{6}[11\bar{2}] & + & \frac{1}{6}[2\bar{1}\bar{1}] \\ b_1 & \rightarrow & b_2 & + & b_3 \end{array}$$

Quand la transformation est d'origine thermique, à l'échelle du cristal, on observe un cisaillement homogène qui se traduit par une combinaison de maclage et de glissement. Les défauts d'empilement intrinsèques s'amplifient dès qu'on s'approche de la température de transition de phase, ces défauts jouent donc un rôle important dans la transformation allotropique γ_{CFC} métastable en ε_{HC} [MAR00]. Cette transformation martensitique commence à une température M_s et s'achève à une température M_f , à chaque température de cet intervalle se forment de nouvelles plaquettes martensitiques (Figure I. 16) depuis les défauts d'empilement et grâce aux dislocations qui facilitent le glissement d'un plan à un autre. Ces fautes d'empilement glissent à travers les plans secondaires les plus denses (111) suite à la dissociation d'une dislocation parfaite aux dislocations partielles de Shockley sur ce plan. La densité des défauts nécessaire pour donner naissance à la transformation est de l'ordre de 10^5 à 10^7 cm^{-3} et le défaut initial doit contenir 4 à 5 dislocations espacées de Shockley [COR10, MAR00, HUA99]. Pour les aciers, la transformation appelée martensitique n'a lieu que suite à un refroidissement rapide donnant naissance à une phase métastable pour empêcher la transformation eutectoïde. Dans le cas des aciers, la phase martensitique - par nature fragile- est très souvent nécessaire au durcissement ce qui n'est pas nécessairement le cas pour les autres types d'alliage tel que le Fe-Ni à haute teneur en nickel pour lequel la martensite est ductile [COR10].

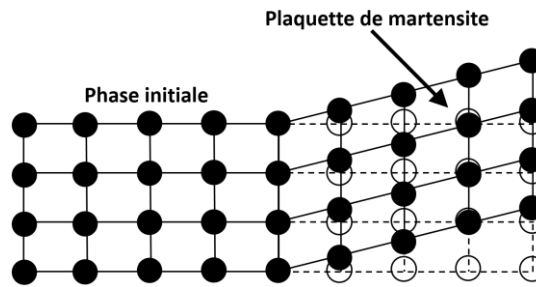


Figure I. 16 : Plaques de martensites initiées depuis le réseau initial du CFC [COR10]

3.3. Énergie de fautes d'empilement et rôle des éléments d'addition dans la matrice cobalt

L'énergie des défauts d'empilement (EDE) ou l'énergie de fautes d'empilement (EFE) est caractéristique d'un alliage. Elle renseigne sur l'énergie à fournir pour la création d'un défaut dans l'empilement des plans cristallographiques. Plus l'EDE est faible, plus la création de défauts d'empilement est facilitée. Elle impacte directement le comportement mécanique du matériau lors d'une déformation plastique lorsque celle-ci est pilotée par le glissement des dislocations comme c'est le cas pour le cobalt et ses alliages [TIA17]. Une faible EDE est associée à une large distance de dissociation entre les dislocations partielles de Shockley, ce qui favorise la dissociation de la dislocation parfaite en deux dislocations partielles et facilite ainsi la transformation de phase γ CFC métastable en ϵ HC. Une grande EDE, à l'inverse, freine la création des défauts et donc la dissociation des dislocations et retarde par conséquent la transformation γ CFC en ϵ HC.

On note que l'EDE des alliages CoCrMo, qui feront l'objet de notre étude, a été estimée par plusieurs auteurs. Elle est de l'ordre de -25 mJ/m^2 à -84 mJ/m^2 [ACH16,ACH17,TIA17]. Cette valeur est nettement inférieure à l'EDE du cobalt pur qui est de $0,15 \text{ mJ/m}^2$ [ACH16], On expliquera ce phénomène dans ce qui suit.

Les fautes d'empilement dans la structure des alliages CoCrMo sont fonction de la composition chimique de l'alliage considéré. L'ajout d'éléments d'addition agit donc sur la stabilité thermodynamique des 2 phases γ CFC et ϵ HC et impacte directement l'EDE et par conséquent agrandit ou diminue le domaine d'existence de l'une ou l'autre des phases, en modifiant la température de transformation allotropique.

- Les éléments comme le chrome, le molybdène et le tungstène stabilisent la phase ϵ HC. Ils augmentent la densité des charges dans les régions interstitielles ce qui fragilise les liaisons atomiques et augmente la distance de distorsion dans le plan de faute d'empilement. Cela diminue donc l'énergie des fautes d'empilement. Ces éléments augmentent par conséquent la température de transition de phase qui est de l'ordre de $649\text{-}760^\circ\text{C}$ dans les stellites [SIM87, TIA17].
- Les éléments tels que le fer, le manganèse et le nickel, quant à eux, stabilisent la phase CFC en diminuant la densité de charge dans les régions de fautes d'empilement. Ils ont tendance à diminuer l'accumulation de charge au niveau des sites interstitiels impliquant une diminution de la distance de distorsion. Du fait, Ils ont tendance à augmenter l'énergie des fautes d'empilement dans l'alliage ce qui va freiner la formation de dislocations partielles et donc retarde le changement de phase γ CFC métastable en ϵ HC [SIM87, ACH16, ACH17, TIA17].

Dans la Figure I. 17 est montré l'impact de quelques éléments d'addition dans les alliages de cobalt sur la transformation allotropique [SIM87]. On conclut que dans les stellites ou plus généralement les alliages CoCrMo, les éléments d'addition (Cr, Mo, W) étant des éléments favorisant la phase HC, ils diminuent donc l'EDE de l'alliage par rapport au cobalt pur ce qui facilite la dissociation des dislocations et cela confirme ce qui a été annoncé par [ACH16], à savoir une EDE qui devient négative ($-84 \text{ mJ/m}^2 \leq \text{EDE} \leq -25 \text{ mJ/m}^2$) par rapport à celle du cobalt pure égale à $0,15 \text{ mJ/m}^2$.

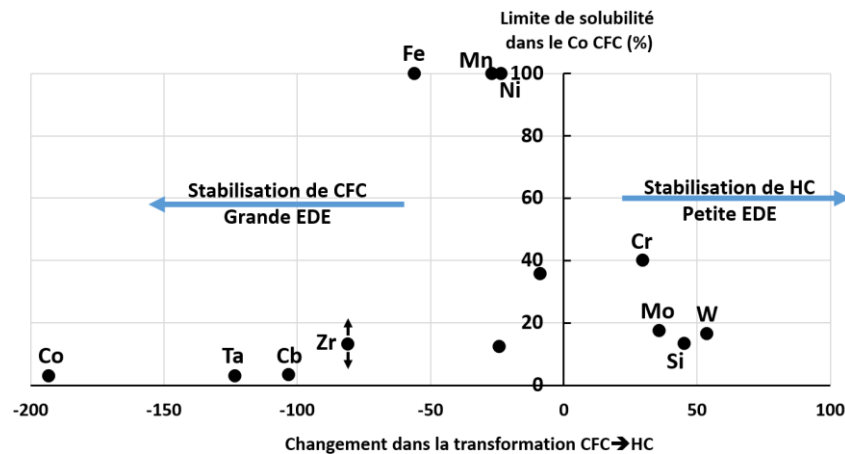


Figure I. 17 : Effet des éléments d'addition sur la transformation $\gamma_{\text{CFC}} \rightarrow \varepsilon_{\text{HC}}$ dans le cobalt en fonction des limites de solubilité dans le cobalt CFC [SIM 87]

Des auteurs étudient l'impact de l'ajout de fer sur l'énergie de fautes d'empilement dans les alliages base cobalt. Pour comprendre et quantifier l'énergie des fautes d'empilement, il y a plusieurs notions qui interviennent.

Un cristal parfait CFC est caractérisé par un empilement de plans dont l'arrangement se répète périodiquement : ... ABC-ABC ... L'introduction d'une faute d'empilement dite « intrinsèque » produit une erreur dans cette séquence. Pour une faute dite « extrinsèque » on a deux erreurs successives. Quand le défaut d'empilement dans un cristal parfait ABC ABC correspond à un plan manquant localement, on parle de défaut intrinsèque. Quand le défaut d'empilement dans un cristal parfait correspond à un plan supplémentaire, on parle de défaut extrinsèque (Figure I.18). Un défaut intrinsèque se déplace sur un seul plan tandis qu'un défaut extrinsèque se déplace sur deux plans.

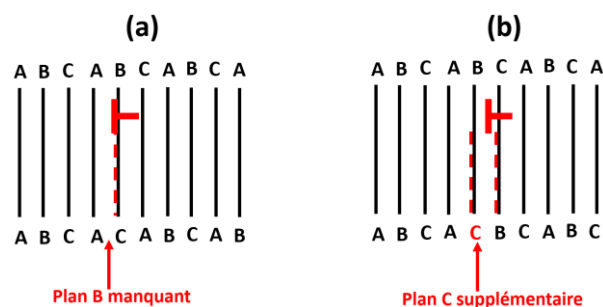


Figure I.18 : Représentation schématique du réarrangement des plans compact suite au passage de dislocations partielles traînant une faute d'empilement : a) intrinsèque, b) extrinsèque

L'énergie de fautes d'empilement généralisée GSFE est l'énergie correspondant à la configuration du cisaillement le long de la direction $b = b a_{\text{CFC}} [11\bar{2}]$ qui devient le vecteur de Burgers quand $b=1$; la GSFE est notée $\Upsilon(b)$ et sa formule est :

$$\Upsilon(b) = \frac{E(b) - E(\text{CFC})}{A} \quad (\text{eq1.3})$$

A : l'aire du plan de la famille $\{111\}$ est égale à $\frac{a_{CFC}^2}{4}\sqrt{3}$

Avec

$E(b)$, l'énergie du réseau cisailé

$E(CFC)$, l'énergie totale d'une structure CFC idéale sans fautes d'empilement ($b=0$)

a_{CFC} , paramètre de maille du réseau CFC

Quand $\gamma(b)$ est minimale, $\gamma(b)$ devient l'énergie intrinsèque de la faute d'empilement appelée ISF [ACH17, TIA17]. Pour une valeur de $\gamma(b)$ maximale, elle devient l'énergie instable de la faute d'empilement appelée USF.

Tian et al montrent que pour un système binaire Fe_xCo_{1-x} , le fer augmente l'énergie intrinsèque des fautes d'empilement ISF du cobalt CFC et diminue l'énergie des fautes d'empilement instables USF (Figure I.19). Pour une teneur atomique en fer de 15%, $USF=273\text{mJ/mm}^2$ et $ISF = 0$. Au-delà de 15% atomique en fer, l'ISF devient positif, le maillage est énergétiquement favorisé et c'est la teneur pour laquelle la phase CFC commence à devenir très stable. De leur côté et pour un ajout de 20% atomique de fer, Achmad et al rapportent que l'énergie de fautes d'empilement $\gamma_{SF}(=ISF)$ de l'alliage Co_xFe_{1-x} est augmentée d'environ 80 mJ/m^2 [ACH17] alors que [TIA17] proposent la valeur de 45 mJ/m^2 .

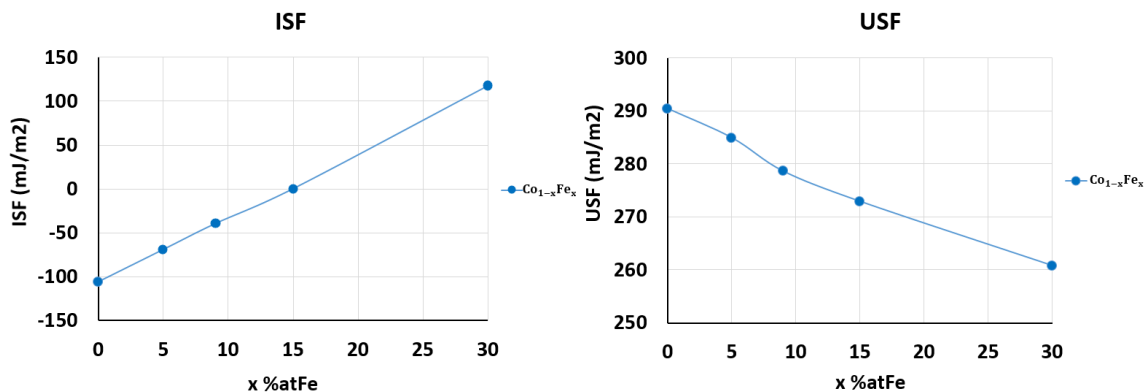


Figure I.19 : Influence de l'ajout du fer sur l'énergie des fautes d'empilement intrinsèques ISF et l'énergie des fautes d'empilements instables USF du Cobalt [TIA17]

3.4. Diagramme d'équilibre fer cobalt :

Dans le cadre de ce travail de thèse, on s'intéresse principalement au phénomène de dilution atomique du fer dans le revêtement base cobalt depuis un substrat base fer (acier C35 ou C45). Il est donc important de connaître la nature de la microstructure qui se crée suite à la dilution des atomes de fer dans le revêtement, notamment les structures cristallines résultantes pour les différents teneurs en fer. De ce fait, on s'intéresse au diagramme de phases binaire fer-cobalt à l'équilibre thermodynamique, qui donne dans une première approche, la connaissance des phases qui se forment suite un refroidissement lent. Dans le procédé SLM, même si les vitesses de refroidissement sont relativement élevées et donnent des microstructures hors équilibre, l'information des phases d'équilibre est nécessaire à la suite des travaux [DAR18].

Le diagramme de phases à l'équilibre cobalt-fer est présenté en Figure I. 20, on note que les teneurs massiques et atomiques sont très proches car les masses molaires du fer et du cobalt sont proches, elles sont de $55,84\text{ g/mol}$ et $58,93\text{ g/mol}$ respectivement [WEI11].

Le diagramme binaire fer-cobalt indique que la microstructure est monophasée cubique faces centrées CFC à haute température avec une solubilité totale du fer dans le cobalt. La phase CFC est commune à la phase du cobalt pur à haute température appelé α et la phase du fer pur à haute température appelée austénite γ . La phase créée est donc une solution solide complète de substitution du fer dans le cobalt ou du cobalt dans le fer car les rayons atomiques des deux éléments sont très proches. Ils sont de 2.33 Å et 2.37 Å pour le cobalt et le fer respectivement [RAH17].

En dessous de 985°C la solution solide créée est cubique centrée CC, elle est dite extensive avec une solubilité du cobalt dans le fer de 75% à 600°C. Il y a un domaine biphasé CFC+CC qui s'étend de 25% à 11,5% massique de fer. Comme le cobalt cristallise en phase HC à température ambiante il y a également existence d'une région avec un domaine biphasé cubique centré et hexagonal compact CC+HC situé entre 2% et 22% de fer. Certaines études montrent l'éventuelle existence d'une région avec une solution ordonnée équi-atomique Co-Fe en-dessous de 730°C et pour des teneurs en fer entre 28% et 74% en massique [EUB60, DAV00].

Dans le diagramme cobalt-fer, il est noté une transformation magnétique dans le domaine CFC(Co,Fe) pour des températures allant de 1115°C à 900°C et pour des teneurs massiques en fer allant de 0 à 27,7%. Cette transformation magnétique est aussi remarquable, dans le domaine CC pour des températures allant de 920°C à 770°C et pour des teneurs massiques en fer allant de 85.5% à 100% [EUB60].

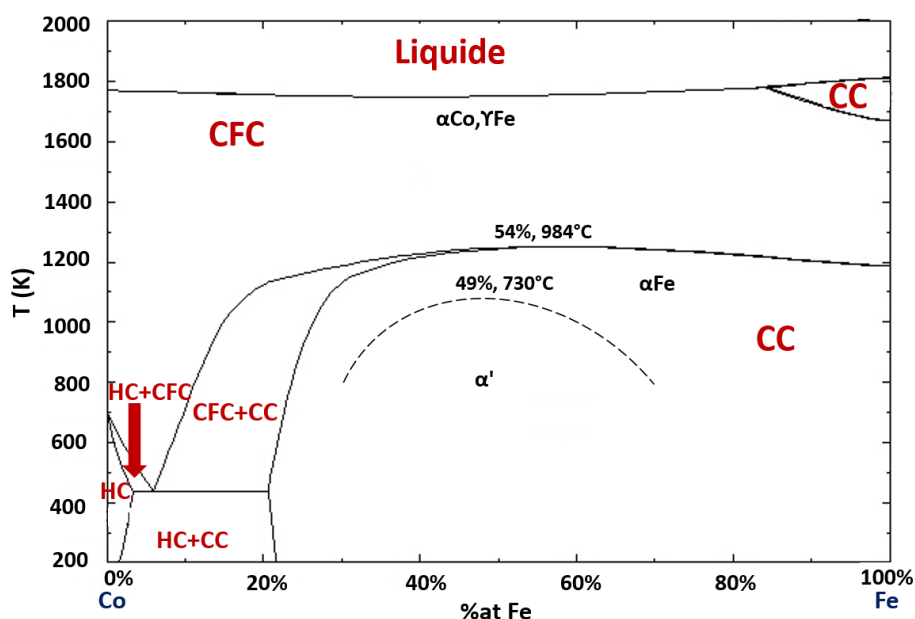


Figure I. 20 : Diagramme de phases Co-Fe [EUB60, DAV00, COL21]

4. Microstructure et comportement tribologique des alliages base cobalt

4.1. Alliages base cobalt obtenus comme massifs par SLM

4.1.1. Microstructure des massifs

La microstructure des alliages base cobalt obtenue par procédé SLM est fine, composée de grains de taille relativement petite qui font quelques micromètres jusqu'à quelques dizaines de micromètres à

l'intérieur desquels se forment des sous-grains appelés aussi cellules selon les auteurs. La forme des structures cellulaires peut être longitudinale ou équi-axe suivant leur direction de croissance. Cette microstructure est le résultat des refroidissements très rapides dans le procédé SLM.

Tarasova et al [TAR15] observent des sous-grains de taille très fine (quelques micromètres) dans la microstructure d'un alliage de cobalt (CoCrMo) élaboré par SLM après avoir appliqué les paramètres machine préconisés par le constructeur (P=200W, V=400mm/s, d=150 μ m, e=50 μ m). Comme montré en Figure I.21a, on observe les sous joints de grains qui représentent les délimitations entre les sous-grains. Livrani et al [LIV16] observent le même type de microstructure avec des cellules fines dont la taille varie entre 0.5 et 1 μ m. Ils constatent par ailleurs qu'il peut y avoir deux types d'orientation des cellules, longitudinal dans la direction de fabrication donc parallèlement à la direction de croissance des cellules, et équiaxes dans la direction perpendiculaire tel que montré en Figure I.21b.

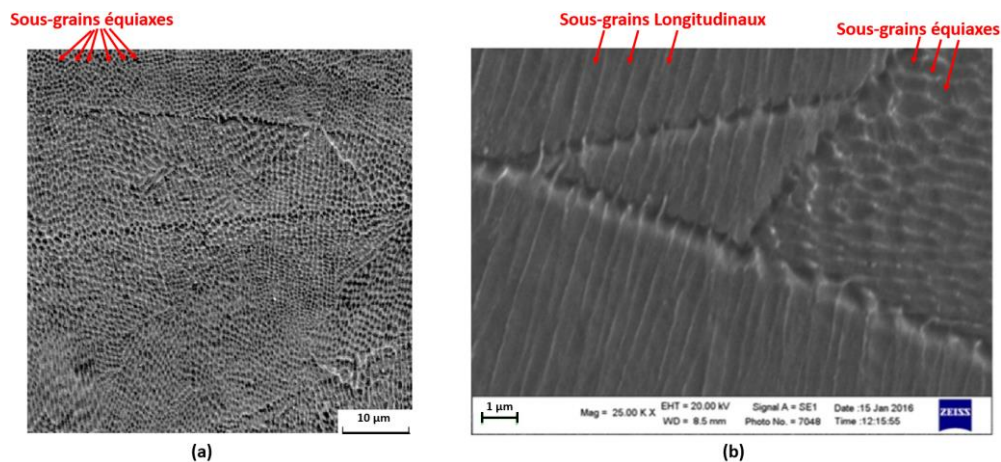


Figure I.21 : Microstructure d'un alliage CoCrMo élaboré par SLM : a) Travaux de [TAR15], b) Travaux de [LIV16]

Pour l'orientation cristallographique des grains et celles des sous-grains, Qian et al [QIA15] montrent par EBSD qu'un même grain est constitué de plusieurs cellules orientées parallèlement (Figure I.22.a). Depuis le contraste de couleur observé, ces cellules ont la même orientation cristallographique à l'intérieur d'un grain comme montré sur la Figure I.22.b (le changement de couleur n'est effectif qu'entre deux grains différents). Les cellules croissent donc suivant la même direction à l'intérieur du même grain.

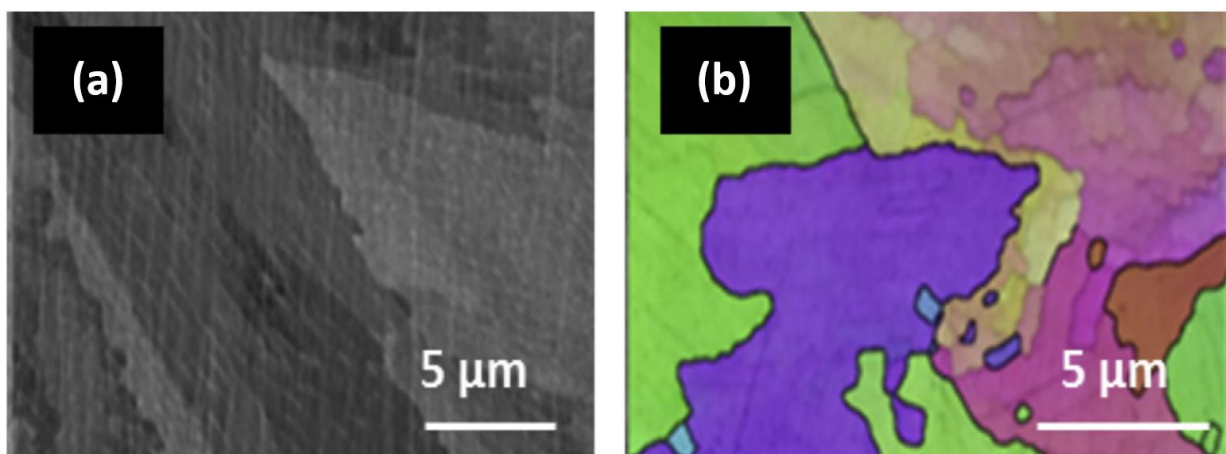


Figure I.22 : Microstructure des sous-grains des alliages de cobalt élaborés par SLM : a) Observations MEB des sous grains à l'intérieur des grains, b) EBSD sur les sous-grains [QIA15]

De leur côté, Darvish et al [DAR18] mettent en évidence, toujours par EBSD, que des cellules peuvent croître d'une passe laser à une autre ou d'une couche à une autre et traverser ainsi plusieurs joints entre passes ou entre couches appelés aussi joints de bain de fusion. Ce phénomène est appelé croissance épitaxiale (Figure I.23.a) et on observe au MEB qu'un même grain est constitué de plusieurs cellules orientées parallèlement (Figure I.23.b). Ce dernier constat est en adéquation avec ce qui est rapporté précédemment par Qian et al [QIA15]. Pour la croissance épitaxiale, on peut aussi noter un changement de direction de croissance allant jusqu'à 90° à l'intérieur d'un même grain quand ces cellules traversent un joint entre passes comme montré sur la Figure I.23.b- en zone 3.

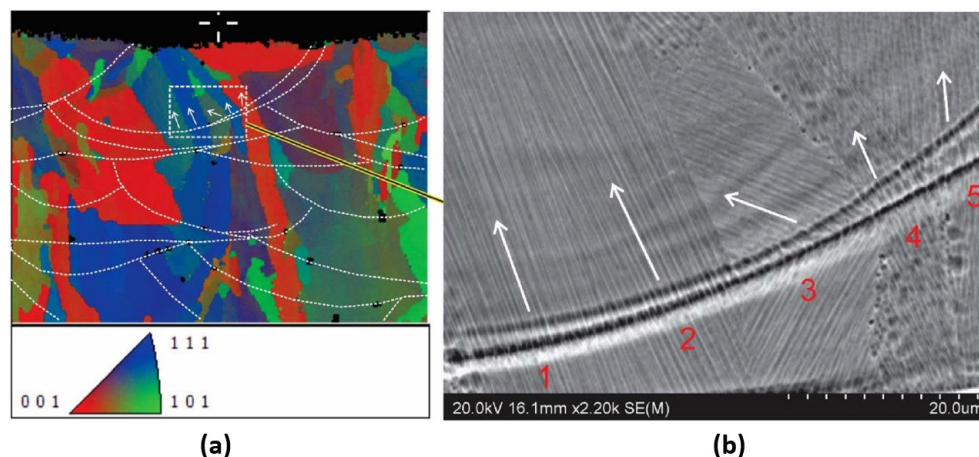


Figure I.23 : Croissance des sous grains par rapport aux joints entre passes : a)EBSD, b)MEB [DAR18]

Dans la microstructure, en plus de la nature des cellules ainsi que leurs orientations cristallographiques, on s'intéresse également à la taille de ces cellules ou ces sous-grains en fonction des paramètres du procédé SLM. On cite que la taille moyenne des cellules varie selon les travaux : elle est de 1µm pour [QIA15], 2.7µm pour [TAK13], entre 0.5 et 1µm pour [LIV16] et de 0.5µm pour [KAJ16].

A une échelle plus fine Qian et al [QIA15] s'intéressent aux joints intercellulaires et montrent qu'ils sont le siège d'enrichissement en molybdène et en chrome au détriment d'un appauvrissement en cobalt. En effet, on observe une variation de la teneur atomique de quelques % en éléments entre les cellules et les joints intercellulaires depuis l'analyse EDS (Figure I. 24). Par ailleurs aucun carbure ou précipité n'est constaté.

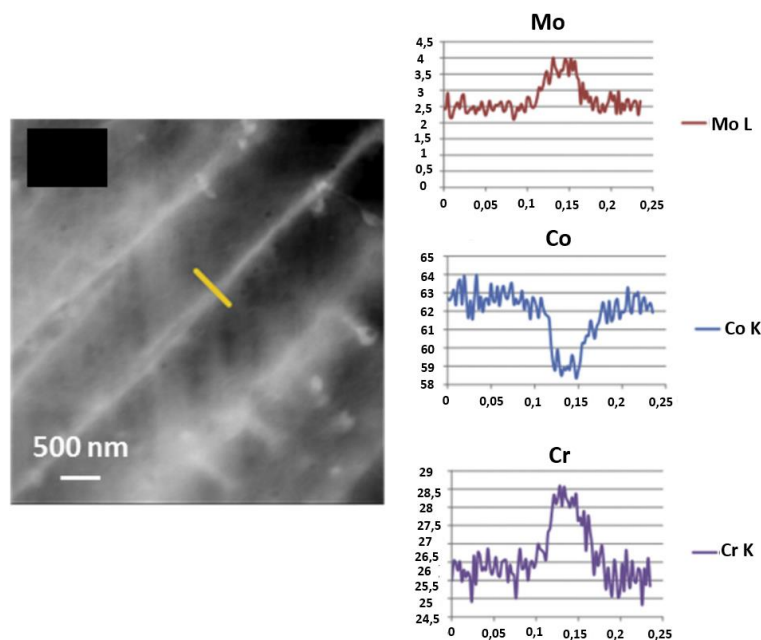


Figure I. 24 : Evolution de la teneur en Mo, Cr, Co dans les joints intercellulaires par mesure EDS/MET [QIA15]

4.1.2. Dureté

La dureté est une propriété importante qui permet d'accéder à des ordres de grandeurs de différentes propriétés mécaniques comme la limite élastique, la résistance mécanique et indirectement la ductilité. Tarasova et al [TAR15] montrent que la dureté d'un échantillon massif élaboré par SLM dont la nuance est proche de celle de la stellite 21, en appliquant les paramètres optimaux du procédé, est supérieure à celle du même matériau élaboré par voie classique (coulée et procédé de mise en forme), à savoir $42 \pm 4\text{HRC}$ contre $34 \pm 2\text{HRC}$.

Par contre, Qian et al [QIA15] obtiennent, en appliquant trois charges différentes, une dureté qui avoisine celle du matériau de même composition, à savoir la stellite 21, élaboré par coulée et pour lequel la dureté est autour de 520HV. Par ailleurs, sachant qu'ils utilisent deux jeux de paramètres différents (type 1 et type 2), les auteurs ne remarquent pas de variation significative de la dureté, bien que les paramètres du laser de type 1 soient plus énergétiques que ceux de type 2.

Toujours sur une nuance similaire, Liverani et al [LIV16] regardent la dureté en fonction des paramètres laser. Ils notent une dureté plus faible dans le cas où ils ont employé un jeu de paramètres moins énergétiques (cas b) impliquant plus de porosités en plus de la présence de fissures et d'oxydes comme observés sur la Figure I.25b comparativement à la Figure I.25a.

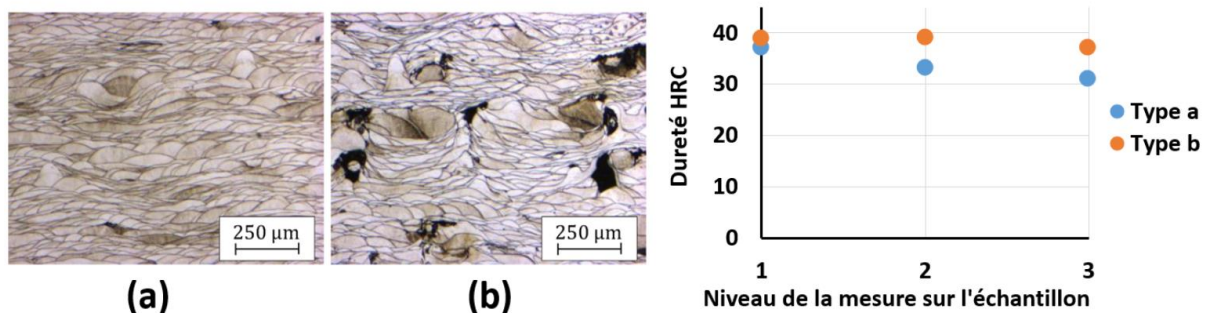


Figure I.25 : Microstructure et dureté des échantillons dans le cas des travaux de [LIV16], a) $P=126\text{W}$, $V=700\text{mm/s}$, $d=50\mu\text{m}$; et b) $P=126\text{W}$, $V=1200\text{mm/s}$, $d=70\mu\text{m}$

Concernant l'hétérogénéité de la dureté dans le volume d'une pièce 3D élaborée par SLM, Liverani et al [LIV16] relèvent une distribution homogène de la microdureté dans toute l'épaisseur de l'échantillon (le long de la direction verticale). Les mesures ont été faites sur une section longitudinale à 500µm en dessous de la surface (Figure I.26a). Cela montre un refroidissement et une microstructure homogènes dans le cœur de la pièce pour le procédé SLM. Par contre, Wang et al, montrent de leur côté que la dureté de la surface supérieure de la pièce est toujours plus importante que celle de la surface latérale, ceci à l'état brut mais aussi quels que soient les traitements thermiques appliqués (Figure I.26b). Ceci s'explique par l'hétérogénéité de la microstructure - en plus des phénomènes de revenu - que subissent les couches sous-jacentes après l'effet thermique induit par l'application d'une couche supérieure. Ce phénomène tend à diminuer la dureté sur le côté latéral [WAN18].

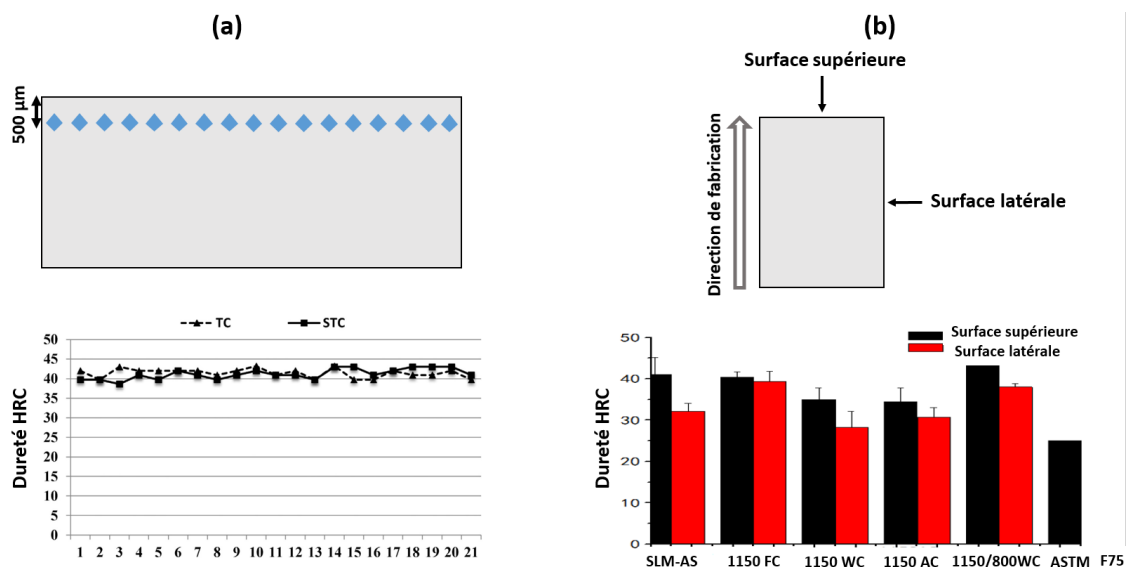


Figure I.26 : Distribution de la microdureté : a) le long d'une section longitudinale prise sur des « chevilles » selon deux conceptions 3D : TC et STC [LIV16], b) entre la surface supérieure et surface latérale [WAN18]

4.1.3. Comportement tribologique

Nous abordons dans ce chapitre les grandes tendances du comportement tribologique observées pour des alliages obtenus par SLM. Le comportement à l'usure d'un couple de matériaux dépend de nombreux paramètres, comme des paramètres fonctionnels (mouvements des pièces, géométrie de contact, niveau et type de sollicitations,...), des paramètres environnementaux (température, humidité, lubrification ou pas,...) et des paramètres matériaux (composition, microstructure, état de surface, propriétés superficielles (nature physico-chimique), propriétés volumiques (mécaniques, thermiques, métallurgiques, magnétiques, électriques,...).

Le comportement tribologique est évalué par un essai tribologique qui donne l'évolution du taux d'usure et du coefficient de frottement pendant une durée et une distance de glissement données pour des paramètres machine définis comme la charge normale appliquée, la vitesse de glissement, la température.

Tarasova et al [TAR15] évaluent le comportement d'un alliage CoCrMo élaboré par SLM en effectuant un test de frottement de type bille en 100Cr6 sur un disque SLM pour une distance de glissement de 1400-1500 m, une charge normale de 0.54N et avec introduction régulière dans le contact d'une suspension abrasive. Ils ont constaté que le taux d'usure est moins important pour le cas de l'échantillon élaboré par SLM ($3.1 \text{ m}^3/\text{mN}$) que pour celui élaboré par coulée ($5.4 \text{ m}^3/\text{mN}$), ce qui

signifie que l'échantillon SLM résiste mieux à l'usure. Dans la publication citée, les auteurs ne font que constater et ne donnent pas d'interprétation physique à ce résultat.

Liverani et al [LIV16] réalisent un essai d'usure pour deux jeux de paramètres SLM en employant un essai de type cylindre/plan. Le plan est constitué d'une plaque rectangulaire en CoCrMo et le cylindre de rotation est en acier traité thermiquement. Les charges normales sont 5, 10 et 30N avec une vitesse de rotation de 0.3 m/s et une distance de glissement de 1000 m. Sous faible charge, ils constatent que le taux d'usure exprimé en mm^3/m est relativement faible pour les deux cas. Les auteurs attribuent ce faible taux d'usure à la présence d'oxydes dans le contact (confirmé par EDS) et donc à un régime d'usure par oxydation. Quand la charge normale est égale à 30N, l'usure devient plus importante et l'échantillon nommé A résiste moins à l'usure que l'échantillon nommé B (Figure I.27). Les auteurs supposent que ce comportement est lié à la dureté du matériau A, car une grande dureté augmenterait la résistance abrasive sous charge de 30 N. Ils observent qualitativement au niveau de la trace d'usure de l'échantillon A que l'usure est plus prononcée quand la charge est augmentée de 5N à 30N (Figure I.28).

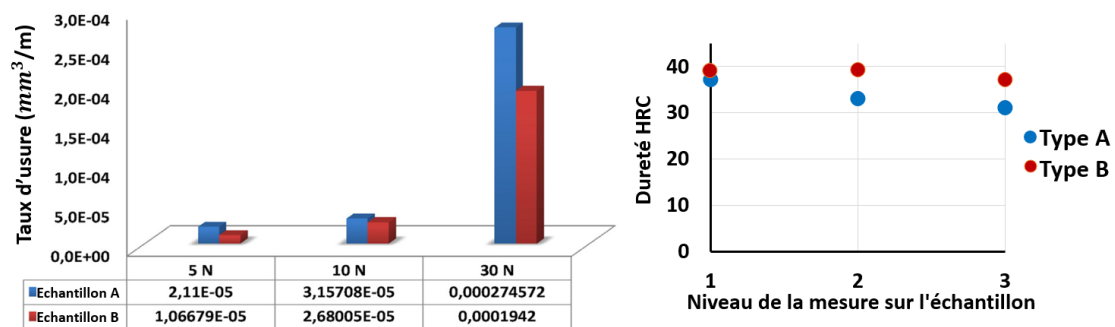


Figure I.27 : a) Taux d'usure suivant la charge normale appliquée et les paramètres du procédé SLM : échantillon A ($P=126\text{W}$, $v=700\text{mm/s}$, $d=50\mu\text{m}$, $e=20\mu\text{m}$), échantillon B ($P=126\text{W}$, $v=1200\text{mm/s}$, $d=70\mu\text{m}$, $e=20\mu\text{m}$) ; b) Dureté des échantillons A et B [LIV16]

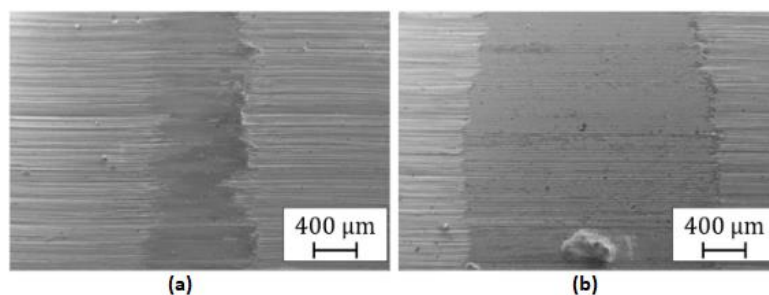


Figure I.28 : Observations MEB de la surface usée pour un échantillon A-SLM ($P=126\text{W}$, $v=700\text{mm/s}$, $d=50\mu\text{m}$, $e=20\mu\text{m}$) pour une charge de : a) 5N, b) 30N [LIV16]

Par ailleurs, pour d'autres matériaux élaborés par SLM, en l'occurrence l'acier 316L [BAE20], le comportement tribologique montre une certaine anisotropie du fait de la texturation consécutive à la stratégie de construction des couches laser successives (les échantillons dont le plan de frottement est perpendiculaire à la direction de la construction sont désignés par BD ; les échantillons dont le plan de frottement est à 45° par rapport à la direction de construction sont désignés par 45SD). Leurs résultats sont comparés à un acier 316L forgé. La résistance à l'usure change selon que la direction de glissement est soit perpendiculaire ou parallèle aux passes laser et donc parallèle ou perpendiculaire à la direction de croissance des grains. Pour une même charge normale et une même vitesse de glissement, les échantillons forgés présentent les plus faibles taux d'usure. L'usure des échantillons 45SD est

intermédiaire pour toutes les conditions d'essais. Pour les échantillons SLM, l'usure augmente linéairement avec la vitesse de glissement de 0,1 à 1,0 m/s. Les auteurs attribuent les différences de comportement à l'usure des échantillons SLM à la profondeur de la région déformée plastiquement sous sollicitations de frottement en indiquant que la déformation plastique s'est produite plus profondément dans l'échantillon BD que dans l'échantillon 45SD (43µm pour l'échantillon 45SD et 66 pour l'échantillon BD). Un autre résultat intéressant est la différence de chemin de propagation des fissures initiées du fait de frottement selon l'échantillons SLM. La fissure se propage en zig-zag le long des limites de la région déformée plastiquement dans l'échantillon 45SD, et suit les frontières du lit de fusion pour l'échantillon BD. Les essais tribologiques ont également été conduits sur les mêmes échantillons mais cette fois-ci après traitement thermique de post-traitement. Les résultats montrent que le traitement thermique diminue la résistance à l'usure dans toutes les conditions testées. Ils montrent également clairement que la dépendance de la résistance à l'usure vis-à-vis de la stratégie de construction des couches laser reste élevée après le traitement thermique.

Dans la même idée et toujours pour un acier 316L, Yan et al mènent dans leurs travaux [YAN19], des essais de type Scratch test afin de mettre en évidence l'anisotropie du comportement tribologique en appliquant trois niveaux de charges différents : 1N, 3N et 5N et 6 directions de glissement différentes. Pour une charge de 1N, la direction notée S_y montrée sur la Figure I. 29, correspondant à une sollicitation sur la surface latérale dans le sens des passes laser, donne lieu au plus faible taux d'usure par rapport aux autres directions. En revanche, la direction de glissement S_z , qui correspond à une sollicitation perpendiculaire à celle de S_y toujours sur le même plan, montre le plus grand taux d'usure. Il est aussi constaté que, la structure colonnaire montre une plus grande facilité au glissement. Étant donné que les grains colonnaires croissent parallèlement à la direction de fabrication, une sollicitation parallèle à la direction colonnaire (S_z) requiert moins de composante tangentielle pour activer le glissement des plans qu'une sollicitation dans le sens perpendiculaire (S_y) expliquant une usure moins importante pour celle-ci. Par ailleurs, les auteurs indiquent que l'effet de l'anisotropie est plus marqué à petite charge (1N) qu'à grande charge (5N) pour laquelle il devient négligeable. Pour 5N, la structure cellulaire est rapidement détruite impliquant une rupture suite aux contraintes de compression au niveau des traces d'usure contenant des fissures parallèles.

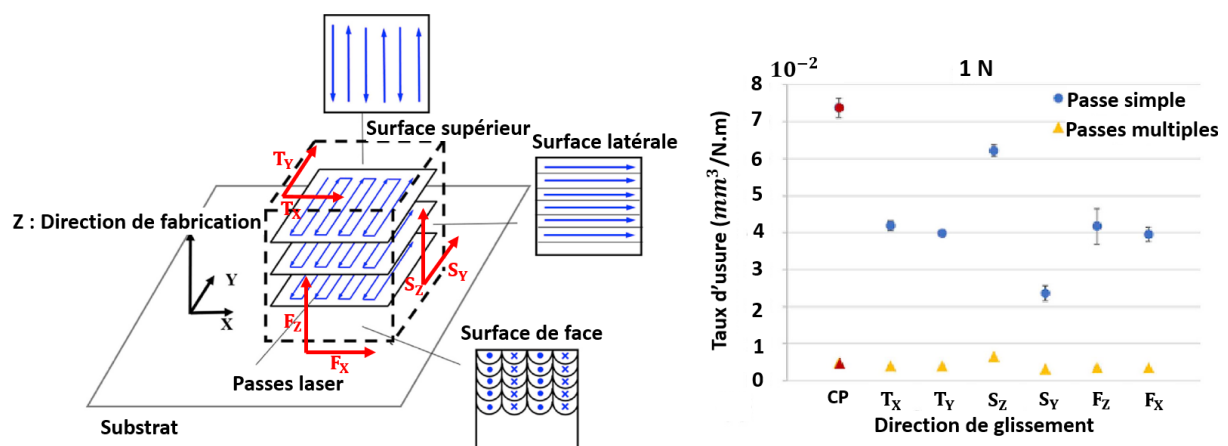


Figure I. 29 : Illustration de l'anisotropie du comportement à l'usure d'un acier 316L élaboré par SLM : a) Stratégie de fabrication b) Taux d'usure suivant différentes directions de glissement [YAN19]

4.2. Alliages base cobalt obtenus comme revêtements par procédés classiques

4.2.1. Microstructure des revêtements

On obtient à l'issue du procédé de rechargement une matrice dendritique riche en cobalt et des carbures dans les espaces interdendritiques [ATA89]. Cela a été montré dans les travaux de [OCE07], où un rechargement est réalisé sur un substrat en fonte et les carbures interdendritiques formés sont des carbures de tungstène. On obtient également une structure dendritique dans les travaux de [KUS14] pour un rechargement en stellite 6 déposé par laser sur deux substrats d'aciers différents comme montré sur la Figure I.30. Ce type de microstructure est aussi montré dans les travaux de thèse de Cabrol pour des rechargements en stellite 6 et stellite 21 [CABthèse15].

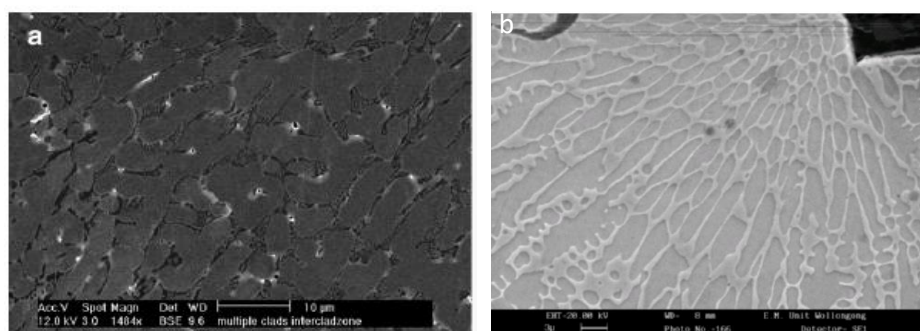


Figure I.30 : Microstructure dendritique observée dans un rechargement base cobalt par laser sur deux substrats : a) fonte [OCE07]; b) acier [KUSM14]

Les cellules dendritiques s'orientent perpendiculairement à la direction de passage du laser et donc à l'interface revêtement/substrat. On note que pour les procédés laser, la taille des dendrites est relativement fine comparativement aux autres procédés de dépôt tel que le soudage MIG [CAB15] et les revêtements obtenus par pulvérisation et refusion [HOU17]. Ocelik et al [OCE07] pour un revêtement en alliage base cobalt sur de la fonte grise, Houdkouva et al [HOU17] et Hutasoit et al [HUT15] pour un revêtement sur un acier faiblement allié, relèvent que la taille des dendrites varie le long de la section transverse dans l'épaisseur du revêtement. Elle est toujours fine ($\sim 3\mu\text{m}$) près de la surface du revêtement et elle est plus grossière ($\sim 6\mu\text{m}$) près de l'interface revêtement/substrat. On observe qualitativement cette évolution de la taille de la microstructure sur les micrographies de la Figure I.31 pour les travaux de Houdkouva et al [HOU17].

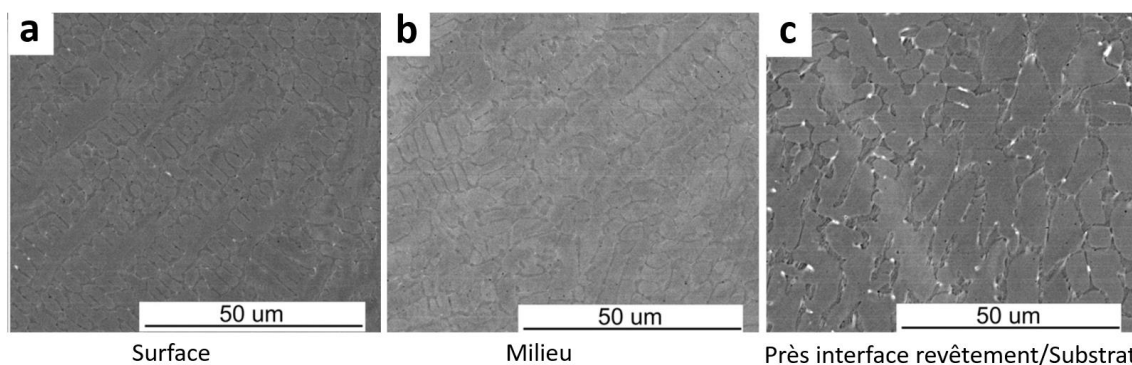


Figure I.31 : Evolution de la microstructure pour un revêtement laser base cobalt de la surface vers l'interface [HOU17]

Houdkova et al [HOU17] relie ce changement de morphologie et le grossissement de la taille des dendrites à la dilution du fer dans le revêtement base cobalt qui passe de 11,8% à 20,7% quand on passe de la surface extérieure du revêtement vers l'interface. La teneur en fer impacte en effet la composition chimique du revêtement et par conséquent la taille de la microstructure. Kusmoko et al [KUS14] relèvent que la taille des dendrites est aussi impactée par les paramètres laser. Elle est d'autant plus grossière que la puissance est importante. Ils trouvent ce résultat pour une stellite 6 déposé par deux puissances différentes 1kW et 1.8kW. Il est aussi reconnu que les espaces interdendritiques sont le siège de précipitation de carbures, Ocelik et al [OCE07] relèvent une présence de carbures WC dans les espaces interdendritiques. Ces derniers constituent un eutectique qui est un mélange d'une phase riche en cobalt γ et une phase de carbures. Cabrol et al [CAB15] indiquent que la présence des carbures est liée à la taille de la microstructure. Plus la taille des dendrites est fine, plus le volume des espaces interdendritiques est important et par conséquent la fraction volumique des carbures est plus marquée.

4.2.2. Dilution du fer

La diffusion/dilution des éléments du substrat vers le revêtement et du revêtement vers le substrat durant les procédés de dépôt est un phénomène thermiquement activé, il se crée par conséquent une zone dite dans la littérature de dilution ou d'inter-diffusion au niveau de l'interface. Dans le cas des revêtements par lasage, la puissance laser induit la fusion de la poudre projetée et une partie du substrat. Il peut se créer un mélange des éléments et une dilution de certains éléments depuis le substrat vers le revêtement à l'aide du phénomène de convection avec le bain de fusion.

Pour un substrat en acier, le fer a tendance à migrer vers le rechargement lors du dépôt sous certaines conditions du procédé. On dit que le fer a dilué dans le revêtement et on parle de zone de dilution [ZHA17, GRA19, BOH15]. Dans les travaux de Zhang et al, il est rapporté pour le procédé laser (laser clad en anglais) que l'épaisseur de la zone de dilution est de 100 μ m pour un alliage de cobalt déposé sur un substrat en acier [ZHA17], tandis que pour le même procédé, la largeur de la zone de dilution est de 50 μ m dans les travaux de Shu et al pour un revêtement en alliage à haute entropie CoCrBFeNiSi sur un substrat en acier à outils H13 (X40 CrMoV5-1) [SHU19].

Toujours dans le cas des revêtements laser, Cabrol et al [CAB15] étudient un revêtement en stellite 21 déposé par laser sur un substrat en acier à outil 40NiCrMo18 et relèvent qu'il n'y a pas de dilution de fer dans leur cas. Contrairement au même revêtement déposé par procédé de soudage MIG et pour lequel la dilution du fer dans le rechargement est de l'ordre de 30% massique. Les paramètres du procédé sont imposés par le constructeur et ne sont pas communiqués, mais on peut en déduire que selon l'énergie mise en jeu, la quantité dilution du fer du substrat dans le revêtement base cobalt sera totalement différente. La dilution du fer, dans un revêtement CoCrW déposé sur un substrat en acier 38MnS, est de 45% massique dans les travaux de Gan et al [GAN17]. Houdkova et al [HOU17] donnent les paramètres utilisés (puissance $P=2000$ W, vitesse $V=8.33$ mm/s, un débit de poudre $F=16$ g/min) et notent une certaine dilution du fer dans le revêtement et dont le taux diffère le long de la section transverse. Il est de 11.8% massique près de la surface, est de 15% au milieu et est de 20.7% près de l'interface. Tuominen et al [TUO15] proposent un rechargement en stellite 21 déposé par laser sur un acier de construction S355 et ont également noté une certaine dilution du fer dans le revêtement. Dans leur étude, ils ont même relevé une certaine hétérogénéité de la concentration en fer le long de la direction longitudinale de l'éprouvette suivant le sens de passage du laser d'une extrémité vers l'autre, ce qui peut être dû à un effet thermique. En effet, la teneur fer est de 2% massique au niveau

de la première extrémité de l'éprouvette et elle est de 15% à son extrémité finale. Les paramètres utilisés sont (puissance $P=4400W$, vitesse $V=18.33mm/s$, débit de poudre $F=30g/min$).

On déduit de ces études que la dilution du fer depuis le substrat vers le rechargement est assez fréquente pour les revêtements laser et dépend des paramètres du procédé. Des jeux de paramètres laser plus énergétiques favorisent une zone de dilution plus importante [GRA19].

4.2.3. Dureté des revêtements

On s'intéresse à la dureté des revêtements, que ce soit en valeur moyenne ou à l'évolution du profil de dureté le long de la section transverse de l'interface substrat/revêtement vers la surface. Les revêtements en alliages base cobalt ont pour rôle d'améliorer l'état de surface et augmenter la dureté du matériau de base. Ils ont en général une dureté plus importante que celle du substrat de base qui est généralement de l'acier.

Pour les alliages base cobalt, la dureté est due à une présence importante de carbures interdendritiques en plus de la taille fine des dendrites [HUT15]. Les études montrent également que la dureté de ces alliages déposés par laser est moins importante que celle obtenue pour d'autres procédés comme la pulvérisation thermique. Ceci est dû à la phase résultante qui est complètement γ_{CFC} métastable suite au refroidissement rapide induit par le procédé utilisé. Cette phase est plus ductile que la phase ϵ_{HC} qui a un plus petit nombre de systèmes de glissement tel que rapporté par [HOU17].

La dureté est importante au niveau de la surface du revêtement et a tendance à diminuer lorsqu'on s'approche de l'interface revêtement/substrat. Ce constat est confirmé par plusieurs travaux de recherche [KUS14, OCE07, HUT15, HOU17]. Houdkova et al [HOU17] attribuent la chute de dureté près de l'interface à deux effets : la dilution du fer qui est plus prononcée au niveau de l'interface, comme montré à la Figure I.32, accompagnée d'un grossissement des dendrites près de cette interface. Par ailleurs, l'augmentation de la taille des dendrites est due à la vitesse de refroidissement qui décroît au niveau de l'interface.

Tuomien et al [TUO15] confirment la dilution du fer dans le revêtement qui se produit d'une manière hétérogène le long de la direction longitudinale de l'éprouvette impliquant une chute de dureté au niveau où la dilution du fer est la plus importante. En effet, pour un revêtement en stellite 21, elle chute de 594 HV à 342 HV quand la dilution du fer passe de 2% à 15% en massique. D'un autre côté, dans le même niveau d'épaisseur du revêtement Ocelik et al [OCE07] indiquent une différence de dureté dans deux passes différentes du laser et ils ont attribué cela à une différence de dilution du fer Figure I.33.

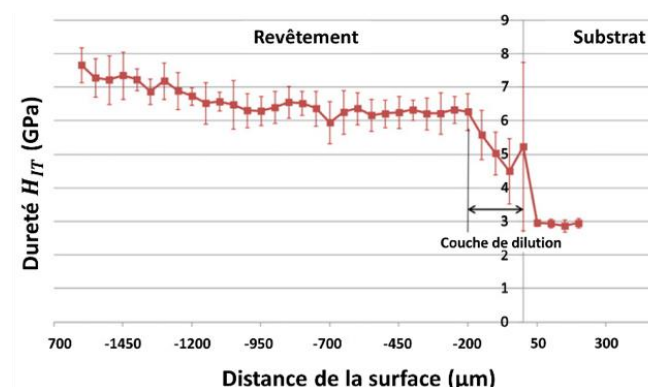


Figure I.32 : Profil de dureté dans l'épaisseur pour un revêtement laser [HOU17]

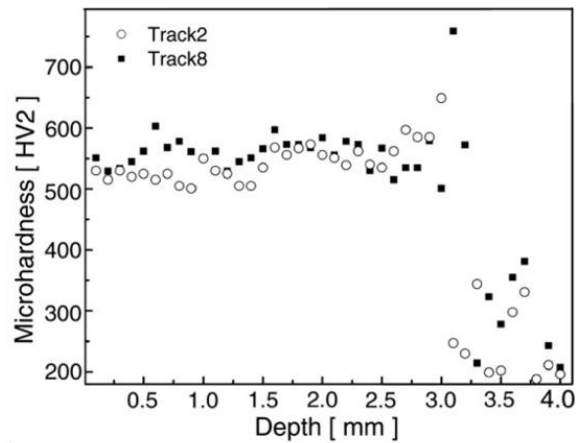


Figure 1.33 : Profil de dureté sur deux passes laser différentes d'une même couche [OCE07]

Kusmoko et al [KUS14] engagent une étude différente dans laquelle ils montrent que la puissance du laser impacte la dureté du revêtement. En effet, la dureté moyenne du revêtement varie de 550 HV à 500 HV quand la puissance passe de 1KW à 1.8KW. Par contre, Graf et al [GRA19], pour le procédé PTA, obtiennent une diminution de la dureté lorsque le courant de dépôt passe de 120 à 150 A. Ce qui est attribué à une diminution du taux des phases intermétalliques durcissantes contenant du silicium et du carbone et appelées phases de lave. Au contraire, la dureté augmente lorsque le courant de dépôt passe de 150 à 200 A, ce qui est dû à l'augmentation du taux du silicium et du carbone.

4.2.4. Comportement tribologique

Le comportement à l'usure des alliages base cobalt est lié à plusieurs facteurs selon les échelles étudiées : la taille de la microstructure impliquant les dendrites, les grains, la composition chimique, la dureté initiale, la rugosité de surface ...etc. Plusieurs auteurs étudient la résistance à l'usure dans le cas des revêtements en alliages base cobalt et procèdent de manières différentes pour la caractériser. La formule communément employée pour calculer le taux d'usure est donnée par la loi d'Archard qui donne l'expression du taux d'usure ($\text{mm}^3/\text{N.m}$).

Ocelik et al [OCE07] extrapolent le volume usé à partir du déplacement vertical du pion (perte dimensionnelle des deux antagonistes) multiplié par la surface de contact. Le taux d'usure est alors relatif à la pente « e » de la courbe du déplacement du pion en fonction de la distance X de glissement $\times$ la Surface S estimée par MEB que divise la force normale appliquée F. On a donc :

$$K [\text{mm}^3/\text{N.m}] = \frac{e[\text{mm}/\text{m}]}{F[\text{N}]} \cdot S[\text{mm}^2] \quad (\text{eq1.4})$$

On précise que la pente « e » est estimée sur la portion finale de la courbe déplacement en fonction de la distance de glissement dans laquelle cette courbe devient linéaire.

Cabrol et al [CAB15] calculent le taux d'usure en évaluant d'abord la surface usée qui est la surface située entre le profil de référence et le profil après usure comme montré en Figure I. 34. Pour estimer le volume d'usure, cette surface est multipliée par $2.\pi.R$, R étant le rayon moyen laissé par la trace d'usure sur le disque.

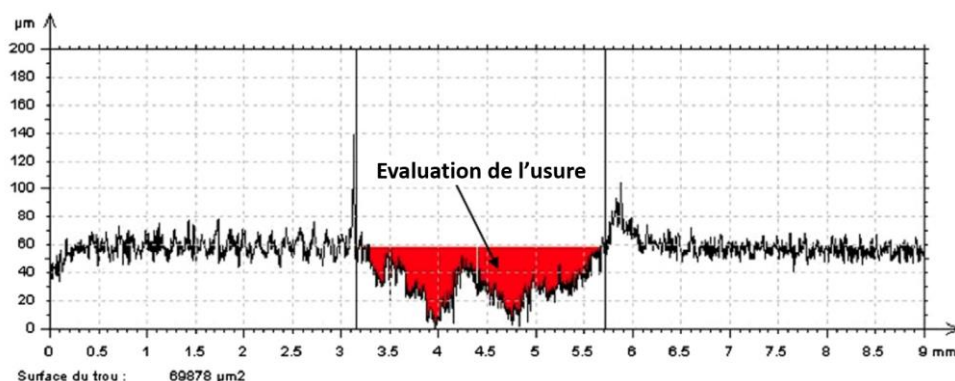


Figure I. 34 : Procédure de calcul du volume d'usure à partir d'un scan de surface de contact d'un disque [CAB15]

Dans le Tableau I.8 sont résumées les méthodes utilisées par les différents auteurs pour évaluer le volume d'usure ainsi que les types d'essais.

Tableau I.8 : Synthèse des études faites pour caractériser le comportement à l'usure suivant différents auteurs.

Référence	Revêtement	Type d'essai	Méthode de caractérisation du volume d'usure	Objectif de l'étude
[HOU17]	MetoClad 6 proche du stellite 6	Bille sur plan	Profilomètre	La relation entre le procédé, la dilution du fer, la microstructure et la transformation de phase
[OCE07]	Stellite 6	Pion sur disque	Pente du déplacement du pion = f(distance de glissement) & MEB	Comparaison du taux d'usure et du coefficient de frottement pour plusieurs températures
[CAB15]	Stellite 6 & Stellite 21	Anneau sur disque	Microscope confocal à champ étendu	La relation entre la dilution du fer, la microstructure, l'orientation des grains, la transformation de phase
[KUS14]	Stellite 6	Bille sur plan	Pesée avant et après essai (variation de masse)	Relation entre la puissance du laser, la diffusion des éléments, la dureté, la rugosité et la résistance à l'usure

Kusmoko et al [KUS14] ont utilisé un diamètre de bille de 6mm en acier à outil pour réaliser des essais de type pion sur plan. Les charges appliquées sont de 2kg et 5kg pour une durée de sollicitation de 200 minutes. Ils rapportent que le mécanisme d'usure prépondérant est l'usure par adhésion (Figure I.35) avec un tribofilm d'oxyde qui est généré en permanence et réintroduit dans la zone de contact.

Houdkova et al [HOU17] ont mené des essais de types bille sur plan, la bille est en acier AISI 440C avec de diamètre 6 mm. La charge utilisée est de 25N pour une durée de 1000s. Pour ces auteurs, la transformation de phase CFC → HC n'a pas lieu pour le procédé laser, les auteurs lient cela à la dilution du fer qui est importante et qui atteint les 11.8% massique près de la surface. Ils expliquent que le fer augmente l'énergie de fautes d'empilement, diminue par ailleurs le travail de durcissement, favorise le mécanisme d'adhésion en augmentant la ductilité. La phase CFC étant moins dure que la phase HC, le taux d'usure ainsi que le coefficient de frottement sont plus importants pour le revêtement laser que pour d'autres procédés pour lesquels la transformation de phase CFC → HC est complète. Ceci bien que la taille des dendrites soit très fine pour le revêtement laser comme montrée en Figure I.31, ce qui normalement favorise une dureté élevée. On note que le taux d'usure est de $\sim 7,4.10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$

pour le revêtement laser, il est de $\sim 4.10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ pour le revêtement obtenu avec refusion de la couche et est de $4,2.10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$ pour le procédé de pulvérisation.

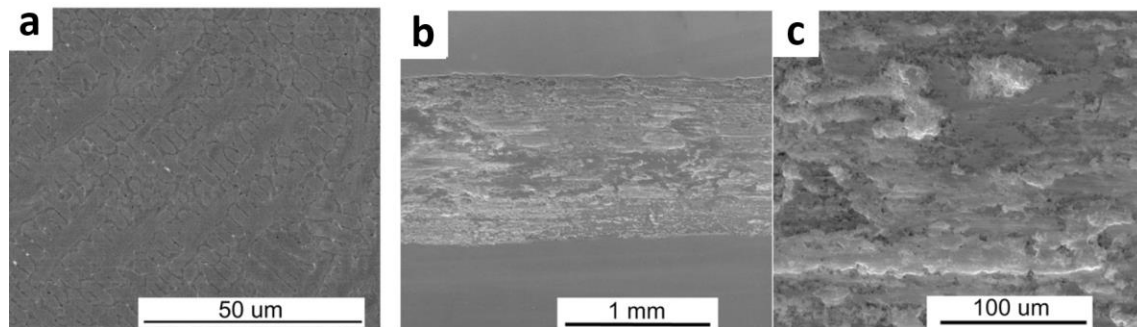


Figure I.35 : revêtement laser suivant [HOU17] : a) Microstructure initiale près de la surface, b) Stries d'usure après essai de frottement, c) grossissement sur la surface usée (mécanisme d'adhésion).

Cabrol et al [CAB15] effectuent des essais de types anneau sur disque pour une charge appliquée de 5000N pour une durée de 120 minutes correspondant à une distance de glissement de 480 m et pour des rechargements base cobalt obtenus par deux procédés (MIG & Laser). Ils affirment que le mécanisme d'usure pour le revêtement laser est un mécanisme à tendance abrasive et la dilution du fer n'ayant pas eu lieu, la transformation phase CFC $\rightarrow$ HC a été possible. Néanmoins, pour le procédé laser, bien que le revêtement en stellite 6 soit plus dur que le stellite 21, ce dernier résiste mieux à l'usure comme montré en Figure I.36.a-b, ce qui serait dû à deux phénomènes antagonistes. D'un côté la dureté initiale plus élevée pour le stellite 6 et d'un autre coté les carbures qui sont la cause de cette dureté élevée et qui sont éjectés et réintroduits dans la surface de contact, ce qui augmente l'usure et confirme le mécanisme d'usure par abrasion. Si on compare maintenant les deux procédés, le procédé MIG donnant lieu à une dilution du fer et le procédé laser, la dureté du revêtement est plus faible et la taille des dendrites est plus grossière pour le procédé MIG contrairement au procédé laser. La résistance à l'usure est alors beaucoup plus faible pour le revêtement obtenu par le procédé MIG. Sous sollicitation en frottement, la déformation plastique des grains induit une texturation et ces derniers s'orientent parallèlement à la direction de glissement (Figure I.36.c). Associée à cette déformation plastique, les analyses DRX ont montré une texturation des dendrites parallèles à la surface usée avec une direction préférentielle CFC (111), plus marquée pour le procédé MIG, et une texturation les grains de la nouvelle phase créée HC selon la direction (002) pour le procédé laser. La réorientation des grains dans les transformées tribologiques de surface après essai de frottement serait facilitée par le glissement des dislocations et est inversement proportionnelle au taux de transformation $\gamma_{\text{CFC}} \rightarrow \varepsilon_{\text{HC}}$. Plus ce dernier est important, moins la réorientation est marquée (cas du revêtement laser), moins est important le travail de durcissement et plus le revêtement résiste à l'usure. On note qu'il faut dans tous les cas un certain écrouissage pour accompagner la transformation de phase et une fois que cette transformation est faite, il y a aussi écrouissage dans la nouvelle phase créée.

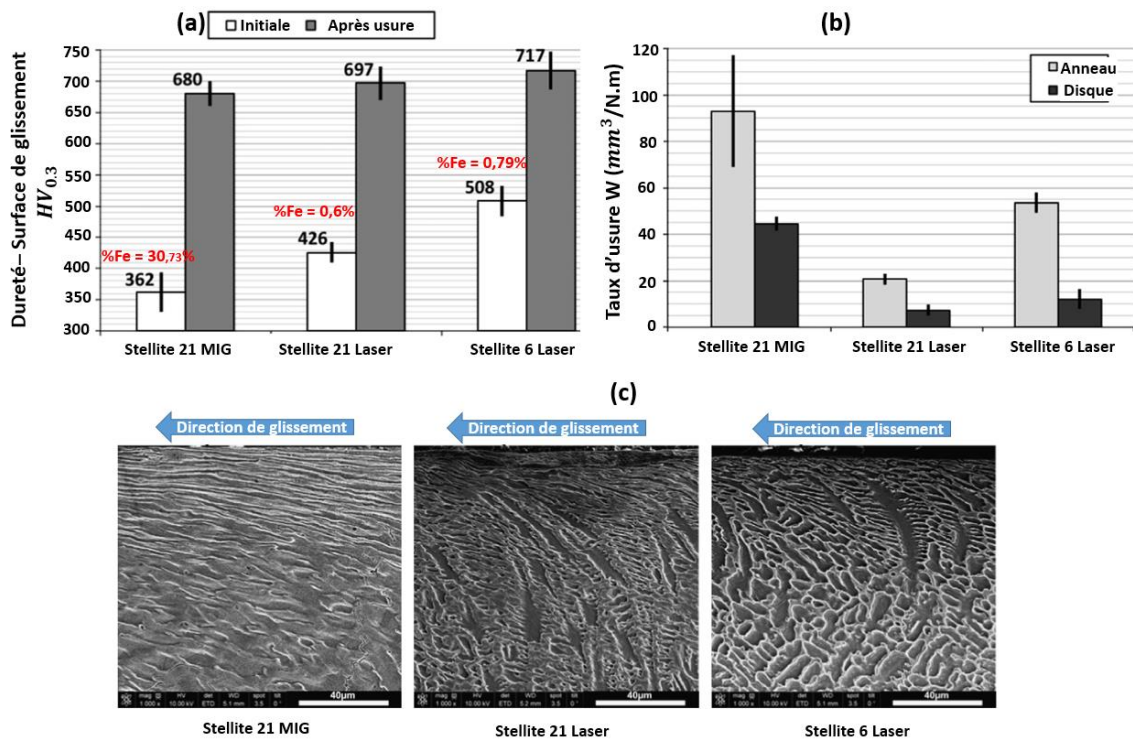


Figure 1.36 : Relation a) dureté avant et après essai, b) taux d'usure et, c) microstructure pour les revêtements stellite 21 obtenus par MIG et laser et stellite 6 par Laser [CAB15]

Ce qui ressort, en comparant ces deux études [HOU17] et [CAB15], c'est que le mécanisme d'usure et le taux d'usure dépendent directement de la dilution du fer dans le revêtement et ce phénomène est lui-même lié au procédé et aussi aux paramètres du procédé.

5. Microstructure et comportement en fatigue des alliages base cobalt

5.1. Alliages base cobalt obtenus comme massifs par SLM

La réponse d'une pièce sollicitée en fatigue dépend de la nature du matériau, son mode d'élaboration, des traitements thermiques appliqués mais aussi de la forme géométrique de la pièce et de l'état de surface. Il y a des matériaux plus sensibles à la rugosité que d'autres pour la propriété de tenue en fatigue, mais il reste largement connu qu'un état de surface avec une faible rugosité favorise une meilleure résistance à la fatigue qu'un état de surface avec une forte rugosité [KAH17,HAT20, WAN20]. Cependant, pour le procédé SLM, l'état de surface obtenu est généralement rugueux et dépend entre autres des paramètres du procédé et de la stratégie de fabrication.

Le comportement en fatigue dépend aussi de la microstructure qui est particulière pour le procédé SLM (section 4.1.1). La microstructure à différentes échelles est donc prise en considération puisque c'est tout le volume qui est sollicité lors d'un essai de fatigue. A ce titre, très peu de travaux, traitant du comportement en fatigue des alliages base cobalt élaborés par SLM, sont publiés. Les travaux publiés traitent de la relation entre la tenue en fatigue et la stratégie de fabrication impliquant la direction de fabrication par rapport à la direction longitudinale de l'éprouvette.

Kajima et al [KAJ16] s'intéressent à l'influence de la stratégie de fabrication SLM sur le comportement en fatigue d'un alliage CoCrMo. Les essais menés sont des essais de flexion et les auteurs comparent

les tenues en fatigue après obtention des courbes de Wöhler pour chaque cas de fabrication (FL0, FL90 et FL45) (Figure I.37.b). Les différentes courbes sont montrées en Figure I.37.a, FL0(25) et FL0(50) désignent respectivement 0,25mm et 0,5mm de déviation.

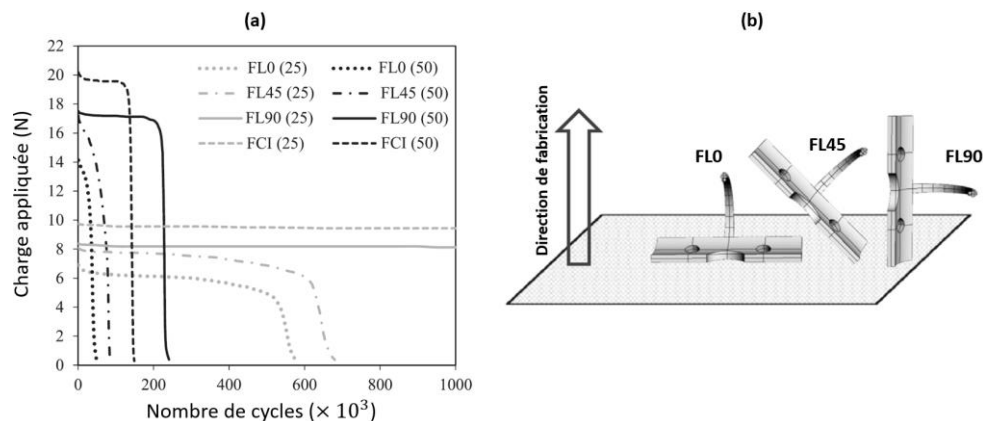


Figure I.37 : Comportement en fatigue de l'alliage de cobalt : a) Courbes de Wöhler, b) Directions de fabrication [KAJ16]

Les résultats obtenus relèvent que la tenue en fatigue est meilleure dans le cas où la direction de fabrication est parallèle à la direction longitudinale de l'éprouvette sollicitée (FL90). Ceci par rapport au cas où la direction de fabrication est perpendiculaire à celle-ci (FL0). Ce résultat peut être lié à la direction et aussi au nombre de joints de bain de fusion. Pour un angle de 45° entre les deux directions, la tenue en fatigue est intermédiaire. L'auteur explique ce qui précède par les trois points suivants :

- Les contraintes résiduelles de traction deviennent plus importantes lorsque le nombre de couches augmente à force de refondre, ceci est le cas de FL0 (répartition des couches pour chaque configuration en Figure I.37.b).
- La rugosité de surface augmente aussi avec le nombre de couches et ce phénomène est appelé l'effet escalier. Il est plus marqué dans le cas FL0.
- Le plan de propagation de fissures orienté à 90° de la direction de la contrainte appliquée qui est la direction longitudinale de l'éprouvette (Figure I. 38.a). La fissure est ralentie si elle rencontre plusieurs joints de bains de fusion dans sa trajectoire de sa propagation, auquel cas le plan de propagation est perpendiculaire aux joints de bain de fusion (cas du FL90- Figure I. 38.b). Au contraire, la fissure se propage plus facilement parallèlement aux joints du bain de fusion (cas du FL0- Figure I. 38.b).

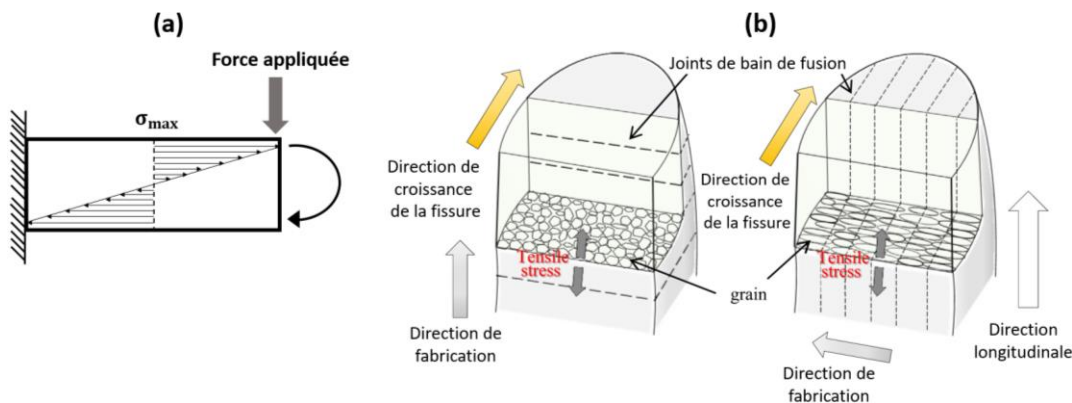


Figure I. 38 : a) Direction de la distribution des contraintes dans une éprouvette en flexion, b) Schéma illustratif de la relation entre la direction de fabrication, la direction de propagation de fissures, l'orientation des grains et les joints de bain de fusion [KAJ16]

Les auteurs mentionnent que la tenue en fatigue du même type d'éprouvette élaborée par coulée se situe entre les deux. Lee et al [LEE-H19] rapportent également que la tenue en fatigue est plutôt en lien avec les joints de grains. La propagation de fissure est ralentie si sa direction est perpendiculaire à la direction longitudinale des joints de grains colonnaires et donc perpendiculaire aux joints de bain de fusion.

Par ailleurs, il a été montré par Seki et al [SEK19] que le traitement thermique améliore la tenue en fatigue suite à l'homogénéisation de la microstructure donnant lieu à l'élimination des joints de bain de fusion en plus du phénomène de recristallisation qui améliore les propriétés mécaniques dont le comportement en fatigue.

On note que jusqu'à ce jour, il n'y a pas d'études consacrées à l'influence des paramètres du laser sur le comportement en fatigue des alliages de cobalt élaborés par SLM. Aucune relation n'a pu donc être établie entre le comportement en fatigue de ce type d'alliage et la densité d'énergie apportée par le laser. Néanmoins, des recherches ont été faites sur d'autres types de matériaux, en l'occurrence des alliages de titane. Zhou et al [ZHO19] montrent dans leurs travaux que, pour un alliage Ti-13Nb-13Zr sollicité en traction alternée avec un rapport de charge $R=0,1$, la tenue en fatigue est influencée par les paramètres du procédé et est maximale pour un jeu de paramètres optimal ($E=83,33 \text{ J/mm}^3$) entraînant une meilleure dureté et résistance mécanique qui sont liées à la présence de martensite. Également, une taille de grains fine améliore la tenue en fatigue car cela constitue une barrière à la propagation de fissures. Du et al [DU21] montrent sur un alliage TA6V que la tenue en fatigue (pour un rapport de charge $R = -1$.) est directement influencée par le taux de porosité et ce dernier est impacté par les paramètres du procédé. La tenue en fatigue augmente avec la densité d'énergie et est optimale pour $E=76,2 \text{ J/mm}^3$.

5.2. Alliages base cobalt obtenus comme revêtements par procédés classiques

Le comportement en fatigue des pièces revêtues dépend du matériau de dépôt et de la qualité de surface du revêtement. La qualité de l'interface revêtement/substrat présente aussi une grande influence sur ce comportement car la sollicitation en fatigue entraîne tout le volume de la pièce, contrairement aux essais tribologiques qui ne font intervenir que l'extrême surface. La résistance en fatigue dépend également de la microstructure et la présence de porosité ainsi que les contraintes résiduelles qui elles-mêmes dépendent du procédé.

5.2.1. Durée de vie en fatigue

Les contraintes résiduelles sont engendrées durant l'étape de solidification du procédé d'élaboration. Elles augmentent la tenue en fatigue si elles sont en compression et la diminuent si elles sont en traction. Après application d'un revêtement en surface, des contraintes résiduelles se créent dans le revêtement et dans le substrat. Les contraintes résiduelles créées dans le revêtement ont un fort impact sur la tenue en fatigue. C'est pour cette raison qu'on définit la contrainte de dépôt σ (eq 1.6) qui est d'autant plus importante que la différence entre les coefficients de dilatation linéique du revêtement et celui du substrat est grande.

$$\sigma = E \cdot (\alpha_{Sub} - \alpha_{Rev}) \cdot \Delta T \quad (\text{eq1.6})$$

avec E : Module de Young du revêtement,
 α_{Sub} et α_{Rev} : coefficients de dilatation linéiques du substrat et du revêtement respectivement,

ΔT : la variation de température lors du refroidissement.

Dans le cas de revêtements laser en alliages base cobalt, ce dernier constat est confirmé par Tuomien et al [TUO14] qui montrent que suite à l'introduction d'un revêtement, la tenue en fatigue est diminuée par rapport à celle sans revêtement suite aux contraintes résiduelles de traction générées dans le revêtement (Figure I. 39). Les essais étaient de type flexion 4 points avec un rapport de charge $R=0,02$.

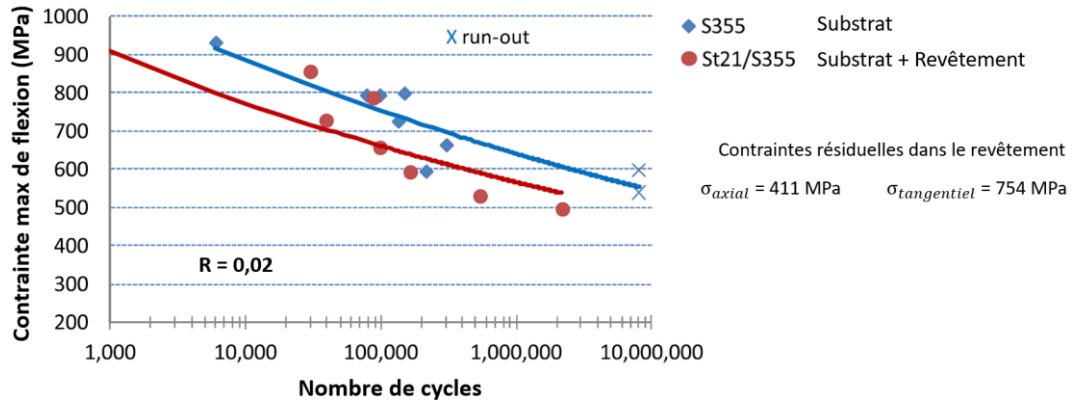


Figure I. 39 : Courbes de Wöhler pour une pièce brute et une pièce revêtue en Stellite 21 [TUO16]

Hutasoit et al [HUT15] indiquent qu'un revêtement en stellite 6 résiste mieux à la fatigue qu'un revêtement en Deloro40G qui est un alliage de nickel (Figure I. 40). Le coefficient de dilatation de ce dernier est différent de celui du substrat et implique des contraintes résiduelles de traction plus importantes. Les essais menés étaient de type flexion rotative avec un rapport de charge $R=-1$.

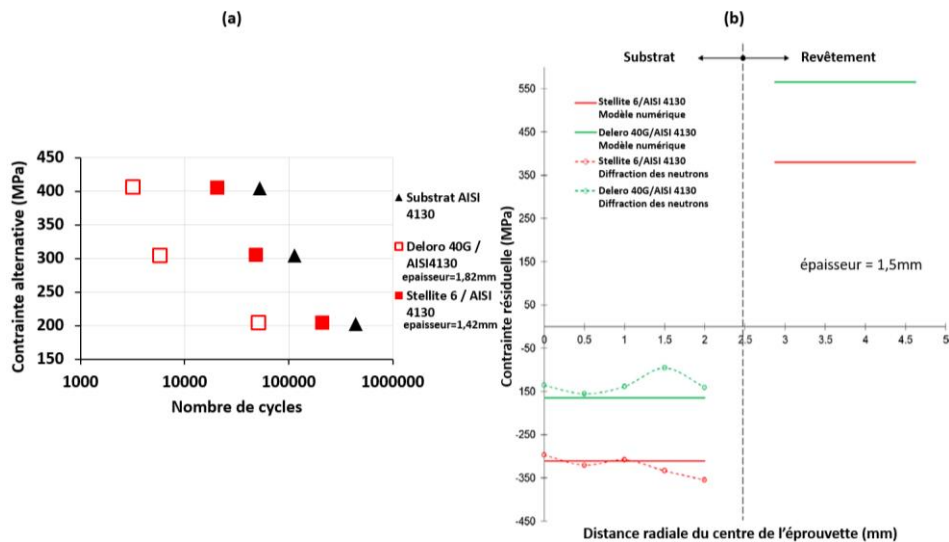


Figure I. 40 : Relation entre a) la tenue de vie en fatigue et b) les contraintes résiduelles [HUT15]

Le comportement en fatigue est impacté par les paramètres du procédé qui influent directement sur l'état de contraintes résiduelles créées. Hutasoit et al [HUT15] ont modifié l'épaisseur du revêtement et ont montré que l'augmentation de cette dernière fait chuter la tenue en fatigue (Figure I.41) car les contraintes résiduelles de traction deviennent plus importantes dans le revêtement et les contraintes de compression plus importantes dans le substrat augmentant ainsi $\alpha_{Sub} - \alpha_{Rev}$ dans (eq1.6).

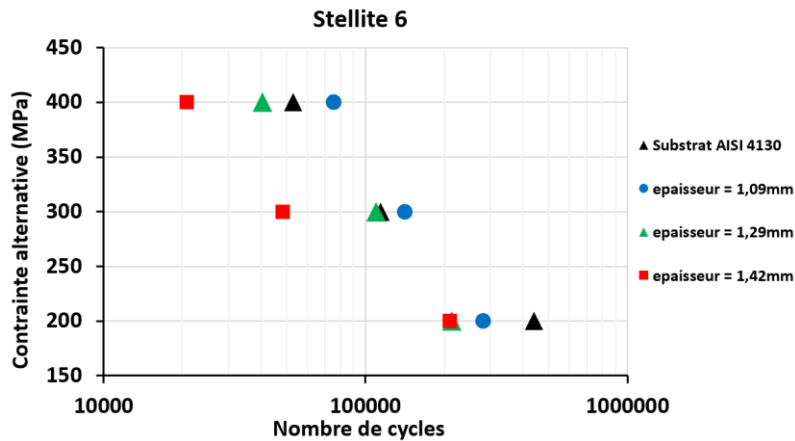


Figure I.41 : Relation entre l'épaisseur du revêtement et la tenue en fatigue [HUT15]

5.2.2. Mécanismes d'endommagement

Il est important de connaître les mécanismes qui interviennent lors d'une sollicitation en fatigue et qui font qu'une fissure s'amorce à l'échelle locale conduisant par la suite à la rupture de l'éprouvette après un certain nombre de cycles. Concernant les mécanismes d'endommagement dans le cas des éprouvettes revêtues en alliages de cobalt, Tuomien et al [TUO14] rapportent des constats intéressants :

Les fissures s'initient toujours depuis la surface du revêtement suivant les plans de glissement qui sont activés suite une plasticité locale comme montré en Figure I.42. Les sites d'amorçage des fissures peuvent être des inclusions oxydées ou les pores connectés qui augmentent le champ local de concentration de contraintes au niveau de la surface. Ces fissures se propagent par la suite depuis le revêtement jusqu'à l'intérieur du substrat suivant la direction normale à la contrainte maximale appliquée. Il y a aussi la propagation de fissures secondaires à travers les régions riches en Mo, d'après les auteurs, qui représentent visiblement les joints interdendritiques contenant des carbures qu'on perçoit sous forme de régions plus claires sur l'image MEB de la Figure I.43. Ces derniers sont fragiles et la fissure consomme donc moins d'énergie pour les traverser. Les fissures se propagent également à travers les joints de grains.

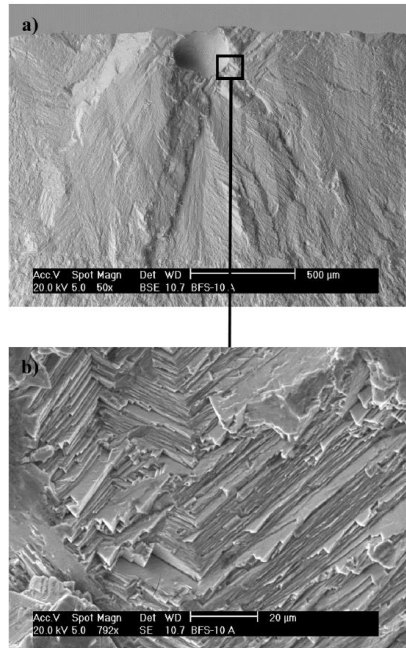


Figure I.42 : Initiation des microfissures [TUO14]

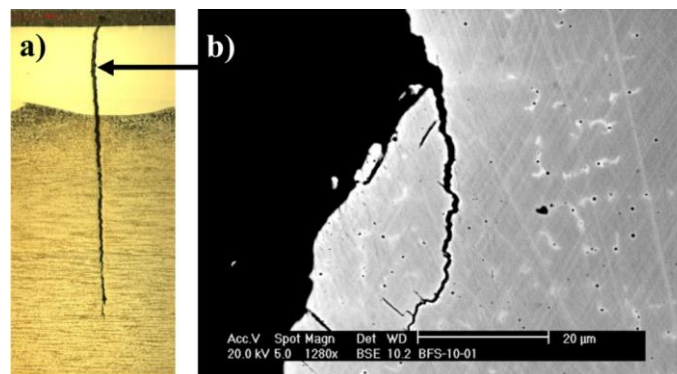


Figure I.43 : Propagation des microfissures [TUO14]

Oh et al [OH07] montrent que, pour un revêtement en alliage de cobalt sur un substrat en acier non allié C35 sollicité en flexion rotative, la zone qu'ils appellent de diffusion peut être générée par un traitement thermique post-procédé. L'épaisseur de cette zone est d'autant plus importante que la durée du traitement thermique est importante. Il a été montré que la tenue en fatigue est fortement augmentée lorsque cette zone est générée (Figure I. 44). La zone de diffusion résulte de l'inter-diffusion à haute température entre les éléments d'une partie du substrat et ceux d'une partie du revêtement donnant lieu à une bonne adhésion entre les deux matériaux.

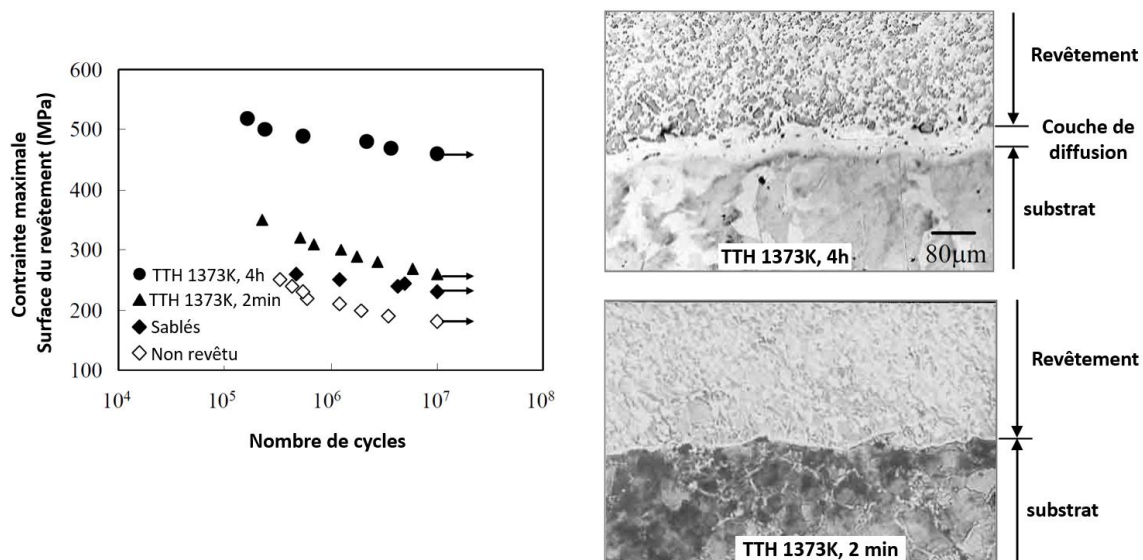


Figure 1. 44 : Influence du traitement thermique sur la tenue en fatigue d'un alliage de cobalt sur acier C35 : a) courbes de Wöhler, b) microstructure [OH07]

6. Conclusions

Ce chapitre bibliographique permet tout d'abord de mettre en évidence la particularité du procédé SLM comme procédé de fabrication et la particularité du cobalt et ses alliages comme revêtement. Le procédé SLM qui appartient à la famille de fabrication additive de fusion sur lit de poudre, est un procédé de haute précision fournissant des densités d'énergie importantes du fait de la fine taille du spot laser qui est de l'ordre de 80μm. Ceci implique une microstructure de taille très fine, qui est généralement cellulaire du fait de vitesses de refroidissement très rapides. Ces variations des champs thermiques se produisent également du fait de la refusion laser des couches sous-jacentes, ce qui implique un revenu affectant la microstructure finale.

Le cobalt et ses alliages présentent la particularité que, sous forme de revêtement et sous sollicitation mécanique générant de la plasticité, ils peuvent changer de phase CFC métastable → HC suite aux dissociations des dislocations en plus de l'écrouissage. Cette transformation martensitique dite displacive se produit donc sans diffusion et elle est possible selon l'énergie des fautes d'empilement. Cette dernière augmente avec l'ajout d'atomes de fer dans l'alliage base cobalt, ce qui diminue ou empêche cette transformation de phase induite par plasticité. Il est rapporté que l'énergie des fautes d'empilement est augmentée de 100 mJ/m² pour 15% atomique fer, teneur au-delà de laquelle la phase CFC est stabilisée à température ambiante. Cette transformation de phase impacte aussi la dureté du revêtement. Plus la dilution en fer est importante dans la maille cobalt CFC, plus la dureté de cette phase CFC est faible.

En termes de comportement tribologique et en fatigue, le procédé SLM n'étant, à ce jour, pas utilisé pour réaliser des revêtements, le travail de cette thèse aura la particularité de regrouper ce qui a été rapporté par la communauté scientifique pour des alliages de cobalt comme massifs élaborés par SLM d'un côté et comme revêtements élaborés par procédés classiques d'un autre côté. Il s'agira d'apporter de la compréhension à la nature de la microstructure obtenue pour le revêtement élaboré par SLM et regarder l'impact de la teneur en fer dilué dans le revêtement sur les propriétés mécaniques (volume d'usure pour la tribologie et durée de vie pour la fatigue) et aussi sur les mécanismes de plasticité engagés dont la transformation de phase induite par déformation plastique.

CHAPITRE 2 : PROCÉDE, MATERIAUX, MOYENS DE CARACTERISATIONS EXPERIMENTALES & ESSAIS MECANIQUES

1. Introduction

Dans ce travail de thèse à caractère expérimental, les revêtements sont élaborés par le procédé de fusion laser sélective de lits de poudre métallique sur un substrat acier à partir d'une poudre base cobalt.

L'étude microstructurale de ces revêtements est menée avant la partie des essais mécaniques pour laquelle deux types de sollicitation sont étudiés :

- Des sollicitations dites volumiques obtenues par des essais en fatigue en flexion 4 point,
- Des sollicitations dites surfaciques (cisaillement de l'interface) obtenues par des essais tribologiques.

Dans ce chapitre, nous allons donc présenter les moyens mis en œuvre pour l'élaboration des revêtements et la réalisation des essais mécaniques. Nous détaillerons également les différentes techniques d'analyses qui serviront à identifier les variations microstructurales ainsi que les mécanismes d'endommagement sous sollicitations volumiques et surfaciques. Un focus sur les matériaux utilisés sera également abordé.

2. Machine de fabrication additive SLM 125 HL

Le principe général de fonctionnement du procédé de Fusion Laser Sélective a déjà été présenté dans la section 1.3 du chapitre 1 comme une sous-catégorie de la famille de fusion sur lit de poudre.

Nous nous attachons dans cette section à présenter de façon plus détaillée la machine SLM 125 HL que nous disposons à l'ICA Albi.

La machine de fabrication additive de fusion laser sur lit de poudre est développée par SLM Solutions GmbH et permet de fabriquer des objets 3D en partant de poudres métalliques. La machine SLM125HL avec ses différentes parties et compartiments est montrée en détails en Figure II.1.

La distribution en poudre dans la machine se fait par une trémie. La poudre est étalée via un racleur qui vient aplanir la poudre avec un sens de balayage alterné après chaque couche. Entre deux couches successives, le plateau de fabrication est abaissé d'une distance égale à celle de l'épaisseur de couche préalablement imposée. Après chaque passage du racleur, une image de la couche de poudre est prise automatiquement afin de contrôler la compacité de la poudre et vérifier que celle-ci est bien étalée.

Le volume de travail à l'intérieur de la chambre de fabrication est de 125mm×125mm×125mm. La fabrication est réalisée sous atmosphère neutre avec injection d'argon. L'argon est introduit avant tout démarrage de fabrication. La durée pendant laquelle l'air est remplacé par l'Ar est de 45 minutes environ.

Afin d'éviter la génération de contraintes mécaniques importantes induites par un gradient thermique très élevé, le plateau de fabrication est préchauffé avant de lancer la fabrication. Pour la poudre CoCrMo que nous utilisons, la température de préchauffe préconisée par le constructeur est de 100°C.

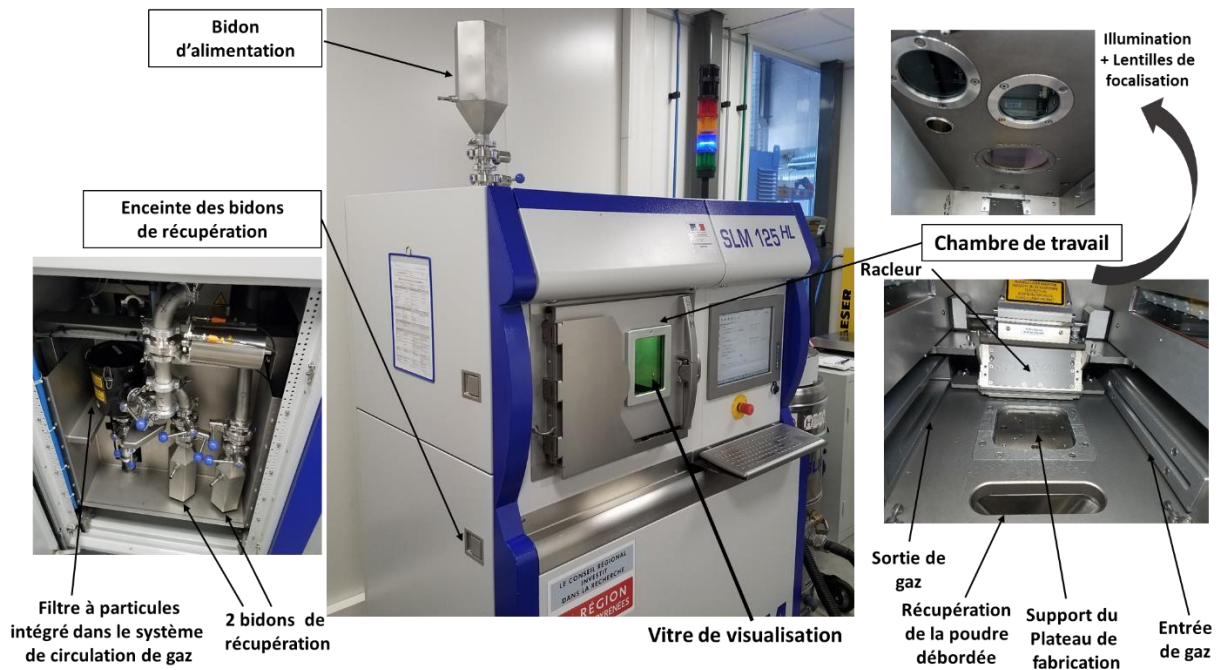


Figure II.1: Machine SLM 125 HL avec les différents compartiments

2.1. Préparation de la chambre de travail

Une grande attention doit être portée aux réglages manuels (avec vis d'ajustement précis à quelques μm) avant le lancement de la fabrication. L'ajustement du niveau du racleur suivant l'axe Z doit être réglé afin d'assurer le parallélisme entre le joint du racleur et le plateau de fabrication (Figure II.2-a). Cette opération est nécessaire afin d'assurer l'homogénéité de l'épaisseur de la poudre déposée : elle est à effectuer avant chaque série de fabrication quand le racleur est démonté pour nettoyage puis remonté.

La première couche est donc déposée manuellement via le racleur depuis le bidon d'alimentation rempli de poudre en appliquant un "recoat layer" (terme technique utilisé pour dire que l'on distribue manuellement une couche de poudre) autant de fois que nécessaire afin d'obtenir un lit de poudre homogène comme le montre la Figure II.2-b.

Le bidon d'alimentation est suivi d'un tuyau droit rigide de diamètre 40 mm dans lequel s'écoule la poudre. En bout de ce tuyau, existe une roue d'alimentation motorisée constituée de godets et programmable pour donner un volume de poudre défini. Les godets se déversent dans un distributeur qui alimente le racleur (bloc machine qui fait les aller-retour). Le racleur va par la suite étaler la poudre (Figure II.2).

Il est important de signaler que l'épaisseur réelle déposée pour cette première couche n'est donc pas systématiquement l'épaisseur théoriquement imposée dans le fichier numérique.

Il faut ensuite vérifier que le moteur, situé derrière la machine entrainant la poudre dans la trémie, est opérationnel (voyant lumineux) et que la trémie est bien alimentée (Figure II.3).

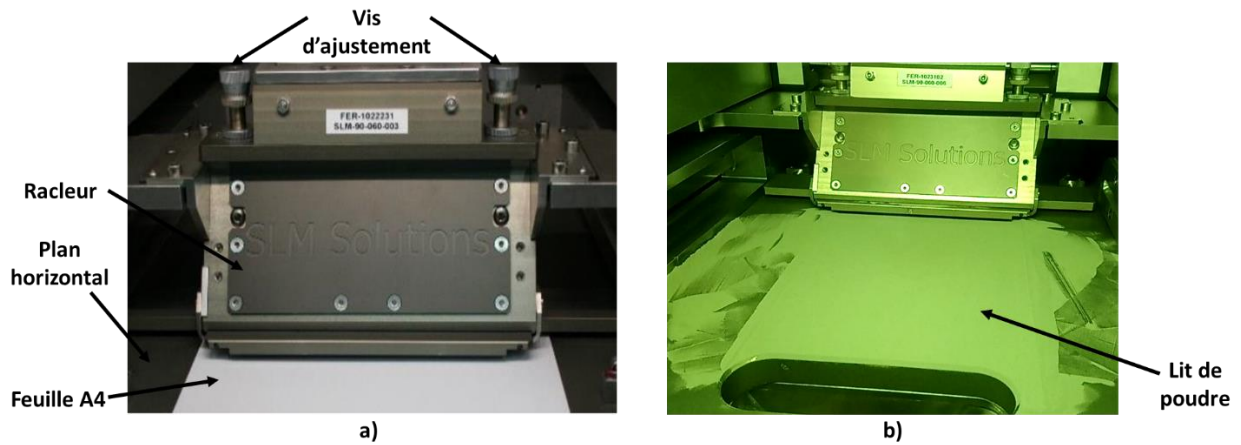


Figure II.2: Préréglages de la chambre de fabrication sur la machine SLM125HL : a) Ajustement du niveau du racleur, b) Première couche déposée

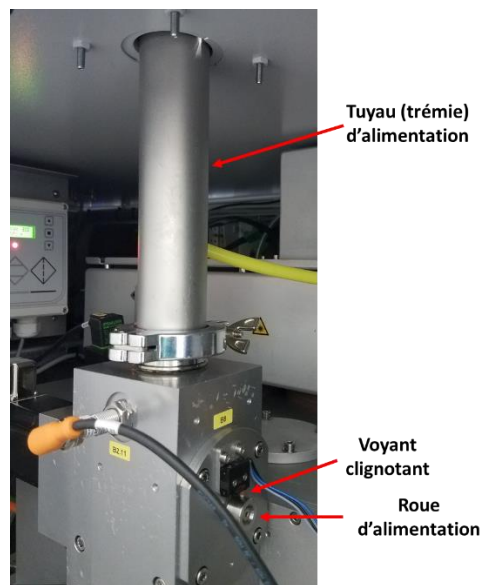


Figure II.3: Moteur d'alimentation de la poudre

2.1.1. Système laser

Le laser utilisé est de type Nd :YAG, Neodymium-Doped Yttrium Aluminium Garnet avec une longueur d'onde de 1064nm qui opère en mode continu. La puissance maximale fournie par le laser est de 400W. Le spot laser se déplace à l'aide d'un système motorisé de lentilles de focalisation. Le faisceau laser a un diamètre compris entre 74 et de 88 μm .

2.1.2. Système de mise sous argon

L'injection d'argon est lancée par l'utilisateur après fermeture de la porte de la chambre de travail. Quand le taux d'oxygène descend à 2%, la pompe à gaz est activée. Elle permet la circulation de l'argon dans le circuit de gaz, ce qui permet d'éliminer les particules de poudre flottant dans la chambre. La fabrication peut être lancée dès que le taux d'oxygène atteint 0.11%. L'argon est continuellement injecté durant tout le processus de fabrication.

2.1.3. Préparation des fichiers numériques

Le logiciel Magics est le logiciel permettant la création depuis les fichiers CAO, des fichiers avec l'extension .slm lisibles et exécutables par la machine SLM. Notons que pour des géométries simples

telles que le cas de ce travail de thèse, les pièces sont directement dessinées par Magics, l'étape de maillage n'étant pas nécessaire.

La référence 0 en z pour réaliser le lit de poudre, sera la surface du substrat et non pas celle du plateau de fabrication sur lequel nous viendrons fixer les substrats.

Un exemple des trois étapes de la création du fichier jusqu'à la fabrication d'un revêtement sur un cylindre est montré en Figure II.4. On note qu'il est possible de prévisualiser sur le fichier (.slm), la direction et l'ordre du passage du laser dans chaque couche ainsi que la stratégie de fabrication.

La poudre que nous utilisons dans ce travail expérimental est de type CoCrMo; nous présenterons ses propriétés et caractéristiques en détail dans la prochaine section. Les paramètres préconisés par le constructeur pour la poudre utilisée sont légèrement modifiés afin de laisser constants tous les paramètres laser dans toutes les zones du revêtement (Annexe A : fichier paramètres préconisés par le constructeur pour des épaisseurs de couches de 50 μ m).

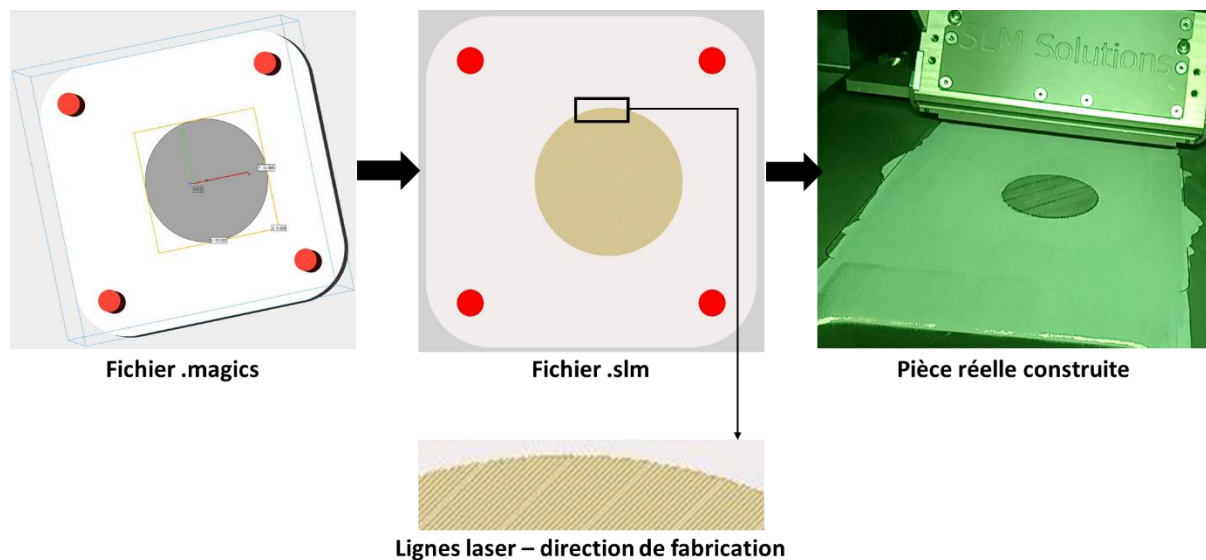


Figure II.4 : Aperçu d'un exemple de fichier de fabrication : (a) Magics (CAO) et (b) SLM (après tranchage) ; (c) pièce fabriquée

3. Matériaux étudiés et géométries des éprouvettes

3.1. Poudre CoCrMo

Les alliages base cobalt dits CoCrMo sont de nos jours très étudiés en fabrication additive par fusion laser sélective. La poudre CoCrMo que nous utilisons a été fournie par SLM Solutions. Ce dernier a aussi communiqué le fichier paramètres machine pour les trois épaisseurs de couche : 20 μ m, 30 μ m et 50 μ m.

Nous notons que la poudre utilisée est toujours tamisée avec un tamis à 100 μ m puis étuvée avant chaque série de fabrication, nous réalisons l'étuvage à 50°C dans une étuve CARBOLIT pendant quelques heures.

3.1.1. Composition chimique et cristallographie

La composition chimique de la poudre est analysée par EDS, nous présentons les résultats dans le Tableau II. 1 dans lequel est comparée la composition chimique en pourcentage massique obtenue par EDS à celle communiquée par le fournisseur dans le document de certification.

Globalement, la poudre présente la même composition que celle préconisée même si les mesures EDS montrent une teneur en fer, certes faibles, mais 2 fois supérieure à celle du document de certification. Nous remarquons donc que la teneur en fer dans cette poudre est très faible (<0.5% en massique), et ceci sera à prendre en considération dans la suite pour l'étude lors de la dilution du fer durant le procédé.

Nous notons également que la composition de cette poudre est très proche de celle de la stellite 21 avec environ 29% massique en chrome et 6% en molybdène (tableau II.3 du chapitre 1), exception faite du nickel Ni qui n'est pas présent dans la poudre étudiée.

Tableau II. 1: Composition chimique de la poudre SLM : analyses EDS vs Certification

Element	Co	Cr	Mo	Si	Mn	Fe	P	C	Ni
%massique – mesures EDS	62.86	28.32	6.12	1.36	0.93	0.42	/	/	/
%massique – Données Certification	63.45	28.90	6.40	0.60	0.30	0.20	0.04	0.11	/
%massique – Stellite 21	base	25 - 29	5 - 6	< 1	< 1	< 3	/	0.20-0.30	1.75 - 3.75

Sur la Figure II.5 est montrée une image MEB de la poudre montrant bien la sphéricité des particules de poudre et la structure résultante du procédé d'élaboration.

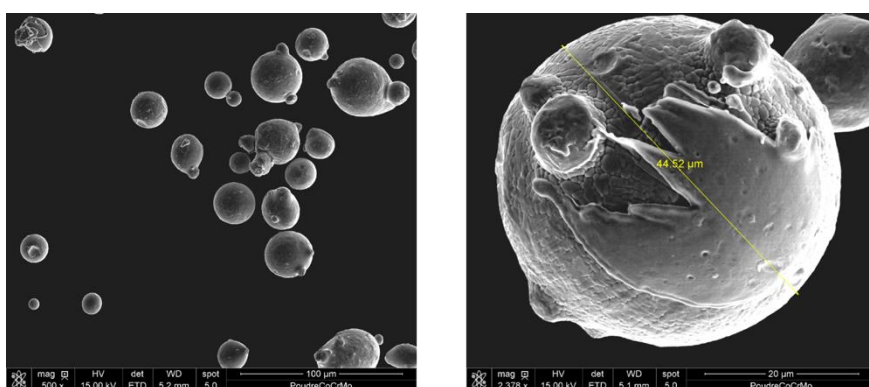


Figure II.5 : Forme des particules de poudre - images prises par MEB-SE

La nature cristallographique est aussi analysée par DRX. Le diagramme DRX obtenu est présenté en Figure II.6. La phase cristalline de cette poudre est Cubique Faces Centrées CFC avec 1% de phase Hexagonale Compacte (HC) résiduelle.

La phase CFC à l'équilibre thermodynamique n'est présente qu'à haute température pour le cobalt et ses alliages (diagrammes cobalt-chrome et cobalt-fer dans sections 3.2 & 3.4 du chapitre 1). La Phase CFC ainsi présente à température ambiante est donc dite hors équilibre ou métastable.

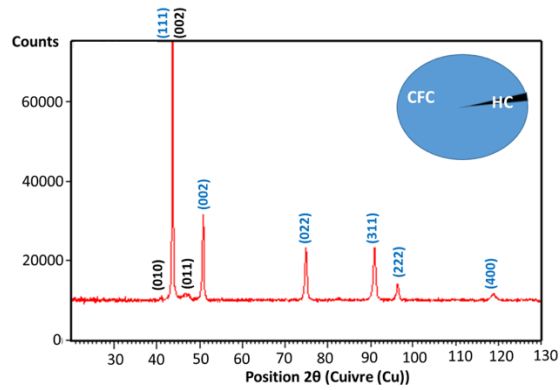


Figure II.6: Diagramme DRX de la poudre CoCrMo étudiée

3.1.2. Granulométrie des poudres

Afin d'analyser la distribution de la taille des particules de poudre, nous avons testé un lot de poudre par la technique de granulométrie à diffraction laser. L'appareil utilisé est un MasterSizer 3000 de Malvern Instruments qui est conçu pour les mesures de tailles de particules comprises entre 0,01 μ m et 3500 μ m. Le principe de la méthode repose sur un faisceau laser incident sur un ensemble de particules déjà dispersées dans un milieu liquide, ce qui donne lieu à un faisceau diffracté par la particule suivant un angle de diffraction. La reconstruction de l'image diffractée permet de remonter au diamètre des particules en considérant que leur forme est parfaitement sphérique.

Nous présentons les résultats en Figure II.7. L'histogramme correspond à la distribution de la taille des particules en pourcentage par série de taille de particules et la courbe représente la distribution en cumulé.

La distribution de la taille de poudre indique que $D_x(10)=17,1\mu$ m; $D_x(50)=29\mu$ m; $D_x(90)=47,7\mu$ m. Ce qui signifie que 90% des particules de poudre ont une taille inférieure à 50 μ m, raison pour laquelle il est choisi dans la suite des épaisseurs théoriques de couches de 50 μ m pour l'élaboration des revêtements. La majorité des particules de poudre seront ainsi incluses dans le lit de poudre lors du passage du racleur en particulier pour la première couche.

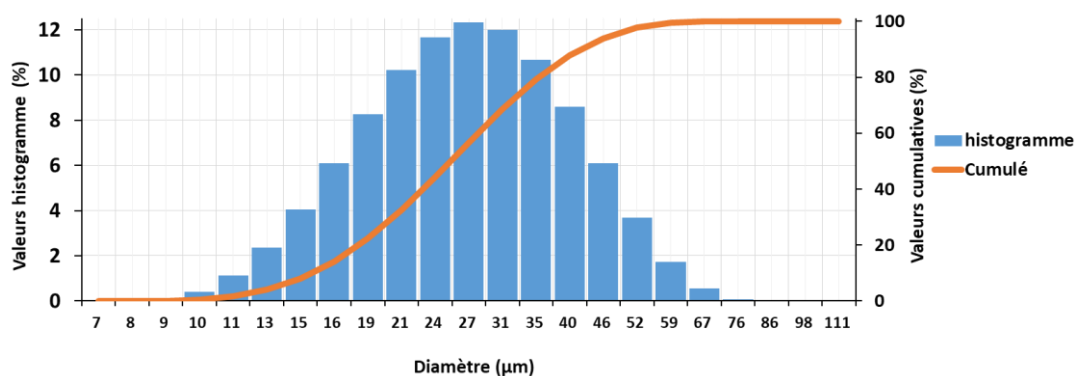


Figure II.7: Distribution granulométrique des particules de poudre - Granulométrie laser

3.1.3. Recyclage de la poudre

Entre les fabrications successives, la poudre est recyclée uniquement après chaque utilisation. Ce qui signifie que dès lors que la poudre se vide du bidon d'alimentation (Figure II.1), celle-ci est récupérée dans les bidons de récupération, puis elle est tamisée sous atmosphère contrôlée (argon) avec un tamiseur vibratoire. L'objectif de l'opération de tamisage étant d'éliminer les scories et les grains

grossiers formés lors du lasage des couches. L'appareil de tamisage est montré sur la Figure II.8, il est constitué d'un tamiseur avec des mailles de taille de 100 μ m. Dans le cadre de ce travail de thèse, nous utiliserons de la poudre neuve ou tamisée après une utilisation.

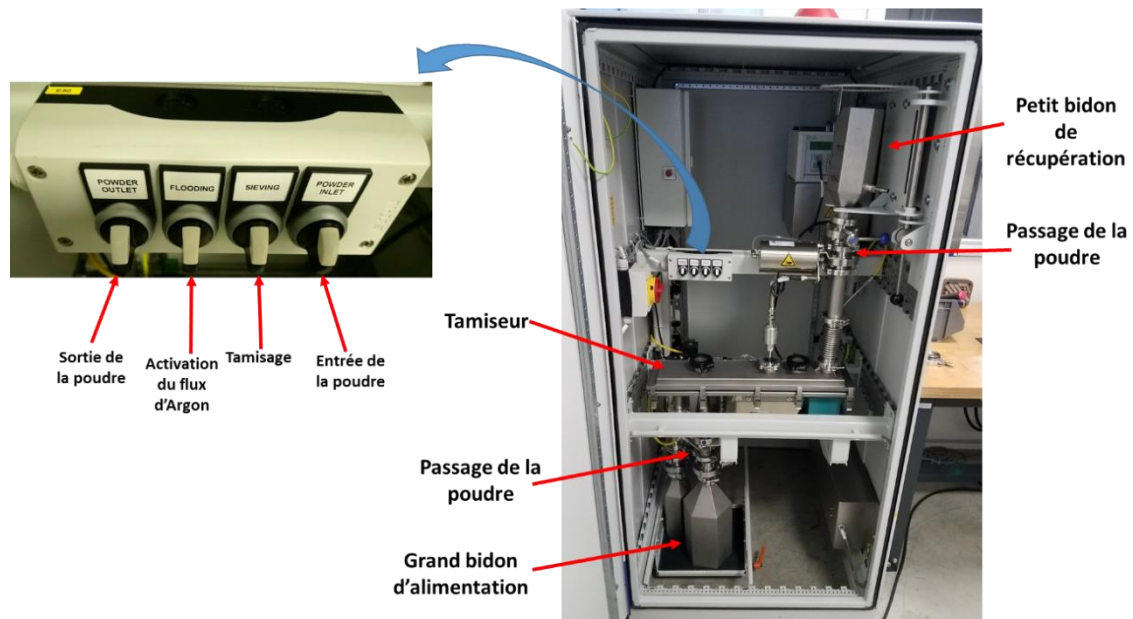


Figure II.8: Appareil de tamisage SLM Solutions GmbH

3.2. Substrats base fer

Dans ce travail expérimental, il a été choisi de déposer les revêtements base cobalt sur un substrat base fer qui est l'acier C35 pour les éprouvettes de tribologie et l'acier C45 pour les éprouvettes de fatigue. Cette différence est due à la géométrie lors de l'approvisionnement de la matière initiale. En plus de raisons de coût, le choix de ces deux nuances d'acier, dits non alliés, est motivé par le fait que l'étude s'intéresse principalement au phénomène de dilution du fer du substrat vers la surface des revêtements et son influence sur les mécanismes de plasticité sous sollicitations mécaniques.

3.2.1. Acier C35

L'acier C35 est un acier au carbone, à teneur moyenne, très utilisé en mécanique générale. Cet acier est utilisé dans cette étude dans son état métallurgique recuit. Sa composition chimique est indiquée dans le Tableau II.2 d'après la certification. Cet acier a une microstructure ferrito-perlitique (Figure II.9) avec des grains de perlite lamellaire représentée par une succession de lamelles ferrite-cémentite et des grains de ferrite.

Tableau II.2: Composition chimique de l'acier C35 d'après la certification

Éléments	Fe	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Sn	Al	Ti	V	Nb
% massique	base	0,35	0,68	0,21	0,016	0,024	0,19	0,14	0,02	0,17	0,008	0,023	0,002	0,001	0,002

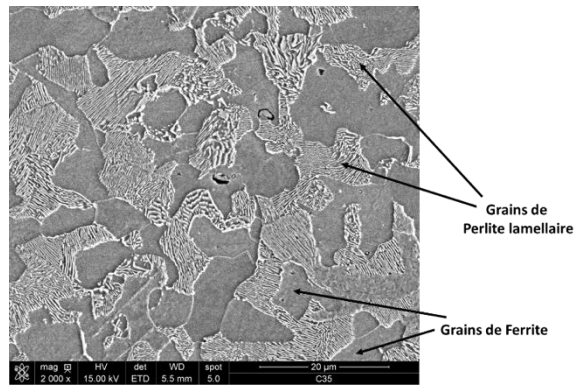


Figure II.9 : Microstructure ferrito-perlitique de l'acier C35

Cet acier sera utilisé sous forme cylindrique pour servir de substrat dans l'étude de la microstructure des revêtements base cobalt ainsi que dans l'étude du comportement tribologique des revêtements. Le diamètre des cylindres est de 10mm et 24mm pour la partie microstructure. Il est de 55mm dans la partie tribologie pour une hauteur qui est, dans les deux cas, de 10mm (Figure II. 10). Dans tous les cas, l'état de surface est rectifié avec un $Ra=0.4 \mu m$.

Une analyse DRX réalisée en surface d'un cylindre de 10mm de diamètre révèle que la microstructure est monophasée Cubique Centrée (CC). On observe sur le diagramme DRX obtenu (Figure II.11) un spectre avec les pics caractéristiques de la phase Cubique Centrée.

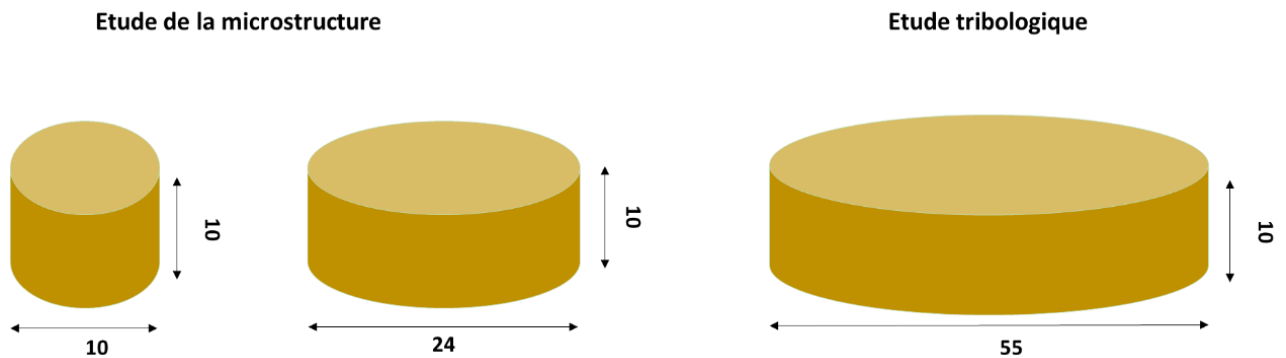


Figure II. 10: Schéma 3D des éprouvettes en acier C35 utilisées dans l'étude microstructurale et l'étude tribologique

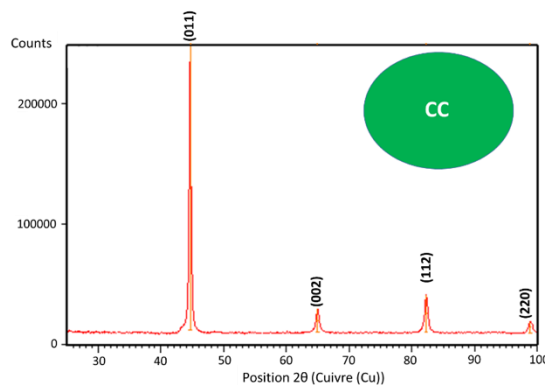


Figure II.11: Diagramme DRX du substrat C35

3.2.2. Acier C45

L'acier C45 est un acier au carbone, à teneur plus forte que celle du C35, utilisé en construction mécanique. Cet acier est utilisé dans cette étude dans son état métallurgique recuit. Sa composition

chimique est indiquée sur le Tableau II.3 d'après la certification. Il est important, par ailleurs, de présenter les propriétés mécaniques de ce matériau communiquées par le fournisseur suivant la certification (Tableau II.4) car cet acier est utilisé pour étudier le comportement en fatigue qui dépend des caractéristiques mécaniques dont la résistance mécanique R_m .

Tableau II.3: Composition chimique de l'acier C45 d'après la certification

Elément	Fe	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo
%massique	base	0,42	0,50	0,4	0,016	0,045	0,4	0,4	0,1

Tableau II.4: Caractéristiques mécaniques de l'acier C45 utilisé pour les éprouvettes de fatigue d'après la certification

Propriété	R_e (MPa)	R_m (MPa)	A%
valeur	340	620	14

La microstructure de cet acier est, comme le C35, ferrito-perlitique mais avec une proportion en perlite plus marquée puisque la teneur massique en carbone est plus importante impliquant plus de cémentite.

Une analyse DR, réalisée sur la surface plane d'une des éprouvettes, a permis d'obtenir, comme pour l'acier C35, un spectre DRX de la phase ferritique Cubique Centrée présenté en Figure II.12.

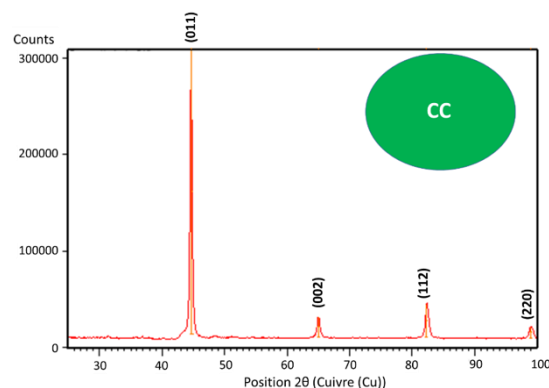


Figure II.12: Spectre DRX obtenu sur une éprouvette de fatigue en acier C45

Cet acier est utilisé pour les éprouvettes de fatigue avec une forme prismatique. Les éprouvettes de flexion prismatiques destinées à être revêtues ont été usinées à dimensions, puis chanfreinées longitudinalement. Les chanfreins faisant un angle de 12° ont pour objectifs de limiter le risque d'amorçage des fissures sur les arêtes latérales des éprouvettes (Figure II.13). Les surfaces ont ensuite été rectifiées longitudinalement pour obtenir une rugosité arithmétique de $0,8\mu\text{m}$; le sens longitudinal de rectification a été retenu pour minimiser l'effet de localisation de contraintes due à la rugosité.

Un parallélisme avec un minimum de tolérance ($0,05\text{ mm}$) a été exigé entre les deux surfaces longitudinales. Ce détail est important car, en plus de l'impact du parallélisme sur la distribution des contraintes dans le sens longitudinal de l'éprouvette lors d'un essai de flexion, les premières couches obtenues par procédé SLM sont très sensibles aux défauts de planéité.

Il est important de noter que l'épaisseur des éprouvettes est de 11mm. Cela conditionne également, en plus de la résistance mécanique R_m , le comportement en fatigue en flexion qui est lié à la géométrie et les dimensions d'une structure [WAN11, EFE19].

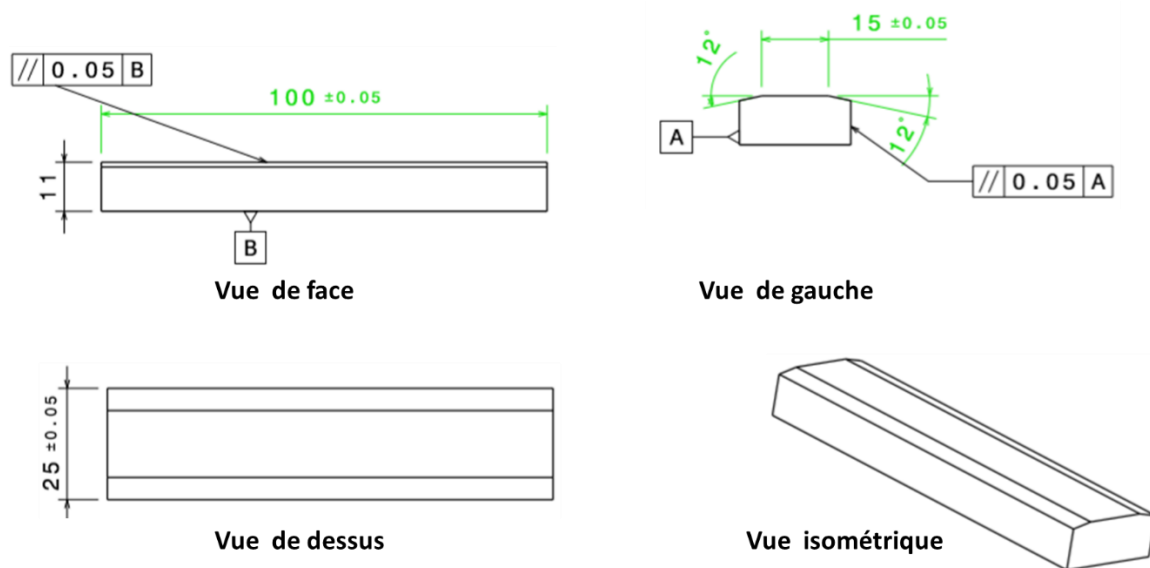


Figure II.13: Dimensions 3D des éprouvettes de fatigue

4. Méthodes d'analyses et de caractérisation

Dans ce travail expérimental, les revêtements sont obtenus après fusion de la couche de poudre CoCrMo sur un substrat en acier, C35 ou C45. Les échantillons ainsi obtenus sont caractérisés par différentes techniques comme la microscopie optique et numérique, le MEB-EDS, la DRX, l'EBSD afin d'observer la structure cristallographique, d'identifier et de quantifier la composition chimique et les phases, la microscopie confocale et la microdureté pour quantifier les endommagements et évaluer les modifications de propriétés mécaniques des revêtements. On se propose dans cette section de présenter le principe de fonctionnement des différentes techniques de caractérisations présentes au laboratoire.

Le Tableau II.5 récapitule les différentes techniques pour observer les microstructures du revêtement obtenues par procédé SLM, pour quantifier la teneur massique en fer et en cobalt, pour déterminer et doser les phases en présence et pour analyser les endommagements. Tous les revêtements sont caractérisés en surface et en coupe.

Tableau II.5: identification des méthodes d'analyses suivant la caractérisation

	Microscope Optique	Microscope Numérique	Microscopes électroniques à balayage : MEB	MEB-EDS	DRX	EBSD-EDS	Microscope confocal	Micro-dureté
Observation des revêtements en surface	X		X					
Observation des microstructures des revêtements en coupe	X	X	X			X		
Analyses élémentaires en surface des revêtements				X				
Analyses élémentaires dans l'épaisseur du revêtement				X		X		
Identification des phases en surface des revêtements					X			
Dosage des phases en surface des revêtements					X			
Dosage des phases dans épaisseur du revêtement						X		
Analyse des endommagements		X	X	X	X	X	X	X

4.1. Diffraction des rayons X - DRX

L'analyse des phases par diffraction des rayons X (nature et quantité) est réalisée sur la surface du revêtement pour identifier les phases présentes dans une certaine épaisseur de la surface analysée. Aucune analyse par DRX n'est faite pour les revêtements en coupe du fait d'une épaisseur trop fine (de l'ordre de la centaine de micromètres) des revêtements. En effet, le résultat de l'analyse DRX n'est représentatif que si la zone analysée est suffisamment importante, de l'ordre de quelques mm^2 .

L'appareil utilisé est un diffractomètre "Panalytical X'Pert" avec un détecteur X'Celerator. Toutes les caractéristiques techniques sont données en annexe D-section1.

Dans toutes les analyses, le rayonnement utilisé est celui du Cuivre $K\alpha_1$ monochromatique avec une longueur d'onde $\lambda=1.54 \text{ \AA}$. La tension d'accélération utilisée est de 40 kV pour une intensité de 45 mA. Nous présentons dans le Tableau II.6 les règles de diffraction pour h,k,l pour chacune des 3 structures cristallographiques ainsi que les 3 premiers pics qui diffractent théoriquement pour les trois phases observées dans notre étude : CFC pour Cubique Faces Centrées du Cobalt, CC pour Cubique centré du fer et HC pour hexagonal Compact du cobalt.

Tableau II.6: Règles d'extinction pour les structures CFC, CC et HC

Phases	Règles pour h,k,l	Plan 1			Plan 2			Plan 3		
		h	k	l	h	k	l	h	k	l
CFC	h,k,l même parité	1	1	1	0	0	2	0	2	2
CC	h+k+l = paire	1	1	0	2	0	0	2	1	1
HC	Pas de conditions d'extinction	0	1	0	0	0	2	0	1	1

4.1.1. Épaisseur affectée par les rayons X

Il est important dans les caractérisations des phases cristallines des revêtements de connaître l'épaisseur dans laquelle le rayon X pénètre. L'épaisseur affectée varie en fonction de l'angle 2θ , ce qui fait qu'elle évolue au fur et à mesure de la mesure. La zone analysée n'est donc pas un parallélépipède parfait. La méthode d'estimation de la profondeur de pénétration du rayon X lors d'une analyse $I = f(2\theta)$ [PAR54] est donnée en annexe D-section 2.

Dans le cas de notre étude, nous appliquons les équations sur le cas d'un matériau ternaire Co-Cr-Fe pour plusieurs teneurs massiques en fer afin de connaître l'épaisseur réelle analysée lors de la caractérisation par rayons X. On obtient l'épaisseur analysée pour plusieurs alliages CoCrFe à différentes teneurs en fer et pour différents angles d'incidence θ .

Nous présentons sur la Figure II.14 l'épaisseur analysée en fonction de l'angle 2θ pour les alliages $Fe_xCo_{71\%.(1-x)}Cr_{29\%.(1-x)}$, X allant de 0% à 100% avec un pas de 20%.

Nous remarquons que cette épaisseur augmente avec l'angle d'incidence θ , ce qui est largement connu. Par contre, elle ne varie quasiment pas en fonction de la teneur en fer dans le revêtement, ce qui est dû aux masses volumiques de la poudre de base CoCr ($\rho_{CoCr} = 8,40 \text{ g/cm}^3$) et de l'élément fer ($\rho_{Fe} = 7.874 \text{ g/cm}^3$) qui sont très proches.

Sachant que les pics principaux pour les phases CFC, HC et CC sont situés entre $2\theta=25^\circ$ et $2\theta=100^\circ$, les analyses seront effectuées dans cette gamme d'angles pour des épaisseurs analysées comprises entre $2\mu\text{m}$ et $7\mu\text{m}$.

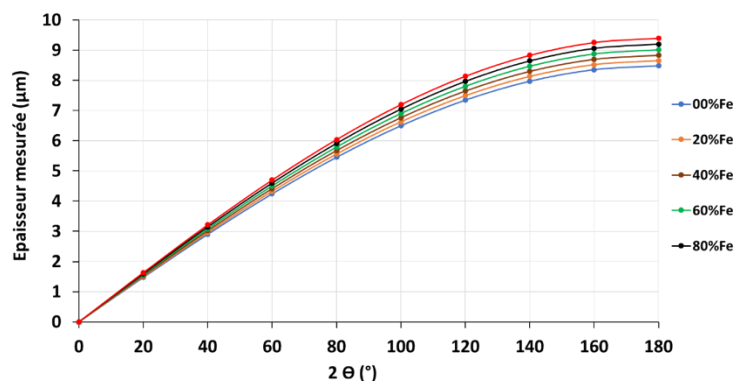


Figure II.14: Épaisseur de pénétration des rayons X en fonction de l'angle d'incidence du rayon X pour plusieurs alliages ternaire Co-Cr-Fe

4.1.2. Méthode de dosage des phases

Dans le cas expérimental de cette étude, 2 ou 3 des phases, précédemment citées, peuvent coexister. Afin de déterminer le taux de chacune des phases, il existe plusieurs méthodes couramment utilisées dont la méthode Rietveld et la méthode RIR pour Reference Intensity Ratio. Cette dernière est correctement applicable si les grains sont aléatoirement orientés sans effet de texturation. C'est cette méthode que nous avons choisie afin de doser les différentes phases, le concept est expliqué dans la référence [DIC69, SNY13] et est résumé en annexe D-section3.

Le paramètre $R_{phase\ i}$ ou $RIR_{phase\ i}$ est spécifique pour chaque phase et est donné dans un fichier de référence JCPDS du spectre réalisé sur une poudre pure avec des grains très fins et des cristaux aléatoirement distribués.

Dans notre cas, pour déterminer le dosage de chaque phase, nous appliquons les équations données en annexe D, sur un système triphasé CFC+CC+HC en s'appuyant sur les fichiers de la base de données pour relever la valeur du paramètre RIR et aussi les pics diffractant les plus intenses dans le cas de références non texturées.

Nous présentons dans le Tableau II.7 les valeurs du RIR pour les 3 phases ainsi que les intensités théoriques des 3 premiers pics les plus intenses de chacune des phases.

Tableau II.7: Références sur les 3 phases CFC, CC et HC d'après les fichiers de la base de données JCPDS, les 3 premiers pics les plus intenses

	CFC RIR = 7.95			HC RIR = 7.13			CC RIR = 10.77		
Angles θ	43.43°	50.82°	74.73°	41.21	43.92°	46.97°	44.67°	65.03°	82.34°
Plans hkl	111	002	022	010	002	011	110	200	211
Intensité théorique du pic	100%	45.1%	22.6%	25.5%	27.7%	100%	100%	11.5%	17.4%

Si on applique l'équation du RIR sur un système triphasé, en prenant le pic le plus intense de chaque phase, la quantité de la phase C_{HCP} sera calculée comme suit :

$$C_{HC} = \frac{\frac{1}{RIR_{HCP}} I_{011\theta=46.97}}{\frac{1}{RIR_{HC}} I_{011\theta=46.97} + \frac{1}{RIR_{CFC}} I_{111\theta=43.43} + \frac{1}{RIR_{CC}} I_{110\theta=44.67}} \quad (\text{Eq 2.1})$$

$$C_{HC} = \frac{\frac{1}{7.13} I_{011\theta=46.97}}{\frac{1}{7.13} I_{011\theta=46.97} + \frac{1}{7.95} I_{111\theta=43.43} + \frac{1}{10.77} I_{110\theta=44.67}}$$

En appliquant maintenant l'équation du RIR sur un système triphasé, en prenant les 2 pics les plus intenses de chaque phase, cela donne :

$$C_{HC} = \frac{\frac{1}{RIR_{HCP}} (I_{011\theta=46.97} + I_{002\theta=43.92})}{\frac{1}{RIR_{HC}} (I_{011\theta=46.97} + I_{002\theta=43.92}) + \frac{1}{RIR_{CFC}} (I_{111\theta=43.43} + I_{002\theta=50.82}) + \frac{1}{RIR_{CC}} (I_{110\theta=44.67} + I_{211\theta=82.34})} \quad (\text{Eq 2.2})$$

$$C_{HC} = \frac{\frac{1}{7.13} (I_{011\theta=46.97} + I_{002\theta=43.92})}{\frac{1}{7.13} (I_{011\theta=46.97} + I_{002\theta=43.92}) + \frac{1}{7.95} (I_{111\theta=43.43} + I_{002\theta=50.82}) + \frac{1}{10.77} (I_{110\theta=44.67} + I_{211\theta=82.34})}$$

Dans le calcul du dosage des phases, nous appliquerons la formule du RIR à partir de l'équation (Eq 2.2) en considérant les 2 pics les plus intenses de chaque phase.

4.1.3. Méthodologie pour identification des teneurs massiques en fer et des phases cristallines dans le revêtement

a. Sur les disques de tribologie

La composition chimique et la structure cristalline ont été déterminées sur la surface du revêtement par les techniques EDS et DRX respectivement. Les mesures DRX sont faites, avant essai et après essai tribologique dans des zones d'analyse qui font $5 \times 5 \text{ mm}^2$.

Après essai, des masques sont utilisés lors de la mesure afin de s'assurer que le faisceau de RX n'interagisse qu'avec les éléments de la trace d'usure. Les mesures EDS sont effectuées dans la trace d'usure et sur la surface non usée limitrophe de cette trace sur plusieurs fenêtres d'analyse qui font $\sim 1 \times 1 \text{ mm}^2$ (Figure II.15).

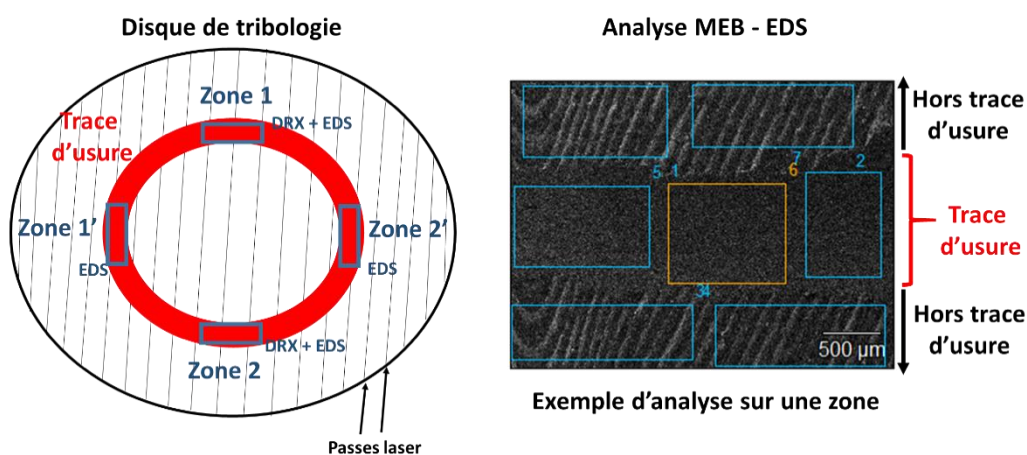


Figure II.15 : Emplacement des zones d'analyse EDS et DRX au niveau de la trace d'usure

b. Sur les éprouvettes de fatigue

Nous avons caractérisé par DRX la surface sollicitée des revêtements sur une zone de $15 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ au centre de la surface (Figure II.16) de l'éprouvette de fatigue. Nous avons gardé la même configuration après essai de fatigue. Nous avons effectué les analyses EDS sur 4 fenêtres qui font $\sim (1 \text{ mm} \times 1 \text{ mm})$ chacune.

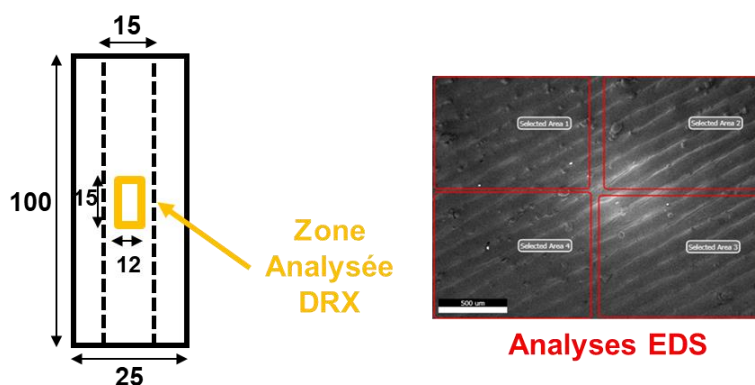


Figure II.16 : Schéma de la surface sollicitée de l'éprouvette de fatigue et configuration de la zone analysée par DRX et EDS sur la surface du revêtement

4.2. Techniques d'observation des microstructures et d'analyses de la composition chimique

4.2.1. Préparation des échantillons

Les échantillons une fois fabriqués sont sortis de la machine SLM, nettoyés avec de l'éthanol dans un bac ultrasons Elma Elmasonic S100 sans chauffage avant toute caractérisation de la surface. Aucun post-traitement n'est appliqué aux éprouvettes.

Selon le type d'analyses, les échantillons sont enrobés dans de la résine phénolique à l'aide d'une enrobeuse Mecapress 3 de chez PRESI pour obtenir des cylindres d'enrobage de 40 mm de diamètre. Le polissage se fait par la suite en utilisant une polisseuse automatique AutoMet TM 250 de chez BUEHLER. Un polissage successif est réalisé avec des disques abrasifs SiC allant de 180 jusqu'à 1200 pour des durées de 30 secondes pour chaque disque.

Pour finir, nous utilisons une série de disques feutre chargés en particules diamantées de taille décroissant de 6 μm à 1 μm ; la durée de polissage étant de 3 min pour les particules à 6 μm et 1,5 min pour les particules à 1 μm .

Les échantillons en coupe sont découpés à l'aide d'une macro-tronçonneuse MECATOME T260 de chez PRESI ou d'une micro-tronçonneuse de précision IsoMet High Speed de chez BUEHLER. La micro-tronçonneuse est surtout utilisée dans le cas des disques de tribologie afin de cibler la trace d'usure de taille relativement fine.

Nous avons réalisé une attaque chimique sur les échantillons enrobés afin de révéler la microstructure. Le réactif d'attaque utilisé est :

- La solution Adler : Industrielle déjà préparée. La durée d'attaque est de 30 secondes.
- Une solution composée de : 35 ml eau, 60ml HCl, 15ml HNO₃, 15 ml CH₃COOH ; la durée nécessaire varie de 30 secondes à 4 minutes suivant la teneur en fer dans le revêtement.

4.2.2. Microscopes optiques

La microscopie optique est utilisée afin d'observer les échantillons en coupe à plus faible grossissement que le MEB et englober sur les images toute l'épaisseur du revêtement sur une largeur assez importante. Le microscope optique est aussi utilisé pour vérifier l'efficacité de l'attaque chimique avant observations par microscopie électronique. Nous l'avons également utilisé pour observer les fissures en surface des éprouvettes de fatigue rompues dont la longueur peut aller jusqu'à 25 mm qui est la largeur de l'éprouvette.

Les deux microscopes optiques utilisés dans ce travail sont :

- Un microscope métallographique inversé : de type Leica REICHERT MEF4M. Il permet d'observer une surface plane des échantillons en mode inversé, dédié donc aux échantillons enrobés. Il utilise de la lumière blanche normale ou de la lumière polarisée avec un polariseur fixe et un filtre analyseur tournant. Il fonctionne uniquement en mode illumination par réflexion.
- Un microscope optique numérique de type Keyence VHX-1000 : il permet l'acquisition des images pour obtenir des grossissements importants pouvant atteindre $\times 5000$. Il offre la possibilité d'obtenir des images 3D après reconstruction. Il offre une profondeur de champ 20 fois plus importante que celle du microscope optique classique.

4.2.3. Microscopes électroniques à balayage

Comme la DRX, la microscopie électronique à balayage a été une technique très utilisée dans ce travail pour identifier les microstructures, quantifier les éléments chimiques et observer les endommagements. Deux microscopes électroniques à balayage sont utilisés :

- Un MEB Nova nano SEM 450
- Un MEB de table TM3030 HITACHI Plus Tabletop.

Pour des raisons de disponibilité, beaucoup d'observations ont été effectuées sur le MEB TM330 HITACHI Plus Tabletop car celui-ci est en libre-service. Le MEB de table TM330 Plus Tabletop donne la possibilité de descendre à des grossissements faibles ($\sim \times 30$), ce qui permet d'avoir une vue globale plus intéressante sans avoir à retirer le diaphragme. Ce MEB a été essentiellement utilisé pour les analyses EDS aussi bien en surface des revêtements qu'en coupe.

Le MEB Nova nano SEM 450 fournit des grossissements plus importants que le MEB TMT330 allant jusqu'à ($\times 1000000$), il possède plusieurs détecteurs dont :

- Un détecteur d'électrons rétrodiffusés BSE, utilisé dans ce travail pour révéler le contraste chimique entre le revêtement et substrat.
- Un détecteur d'électrons secondaires SE(TLD), utilisé dans ce travail pour observer les différentes microstructures après attaque chimique.
- le détecteur des rayons X, EDS. Utilisé dans ce travail pour les analyses chimiques dans le revêtement afin de quantifier la dilution du fer.
- le détecteur Ultra Haute résolution (BSE & SE). Non utilisé dans ce travail.

a. Paramétrage des analyses EDS

Il est important de mettre en avant la technique EDS utilisée dans ce travail expérimental car la dilution du fer est évaluée via cette technique. Les analyses sont réalisées soit par point (shoot point) soit par fenêtres de dimensions $\sim 1 \times 1 \text{ mm}^2$ et dans ce cas, les résultats quantitatifs obtenus sont moyennés sur toute la surface analysée.

Les analyses élémentaires en coupe sur toute l'épaisseur des revêtements et une partie du substrat sont réalisées via des analyses appelés line scan.

Nous notons que le nombre de points analysés par profil contribue à la précision de la quantification de l'évolution de la teneur en éléments. C'est pour cette raison que plus le nombre de points est important dans une ligne de profil, plus le profil obtenu est précis, en particulier dans la zone de transition appelée interface substrat/revêtement.

Nous résumons dans le Tableau II.8, les paramètres utilisés dans chaque cas de figure pour analyser la composition chimique.

Tableau II.8: Paramètres d'analyse EDS

	Temps d'exposition - Temps total d'analyse – Live time	Temps de pause – Dwell Time per pixel	Nombre de points	Nombre de scans
Analyse par points / par fenêtres	30 s	/	/	/
Analyse Line scan	456 s	1 s	300	2

Il est aussi à noter que la taille du faisceau d'électrons est de l'ordre de $1\mu\text{m}$, il n'est pas nécessaire d'augmenter le nombre de points par ligne de profil au-delà de ce seuil, ceci afin d'optimiser le temps total d'analyse.

b. Profondeur analysée par EDS (interaction des électrons)

L'interaction des électrons primaires avec la matière fait que le faisceau d'électrons pénètre sur une certaine épaisseur créant ainsi une poire d'interaction. La profondeur de pénétration d'un électron dépend de l'élément à analyser. Elle varie donc en fonction du numéro atomique Z et du nombre massique A , mais aussi de la tension d'accélération qui est réglée sur le MEB. On peut la calculer à l'aide de la formule introduite par K.Kanaya et S.Okayama [KAN72] [LUK09].

$$Z_M = 0,0276 \times E_0^{1,67} \times \frac{A}{\rho \cdot Z^{0,89}} \quad (\text{Eq 2.3})$$

avec : Z_M : profondeur de pénétration des électrons (μm)

$E_0(\text{keV})$: énergie d'un électron incident

A : nombre massique

Z : numéro atomique

$\rho (\text{g/cm}^3)$: masse volumique

En appliquant l'équation (Eq 2.3) aux 3 éléments qui nous intéressent qui sont le Co, le Fe et le Cr, nous obtenons l'évolution de la profondeur de pénétration en fonction de la tension d'accélération (Figure II.17), sachant que dans le cadre de cette étude les tensions d'accélération utilisées étaient de : 10, 15 et 20 kV. Nous constatons que pour des tensions d'accélération allant de 10 keV à 20 keV, la profondeur de pénétration Z_M varie entre $0,46 \mu\text{m}$ et $1,76 \mu\text{m}$.

Pour les 3 éléments qui nous intéressent, le volume analysé V_M est modélisé par une sphère et suit l'équation suivante :

$$V_M = \frac{4}{3} \pi \times \left(\frac{Z_M}{2}\right)^3 = \frac{\pi}{6} \left[0,0276 \times \frac{A}{\rho \cdot Z^{0,89}} \right]^3 \times E_0^5 \quad \text{Eq 2.4}$$

Le volume de la poire d'interaction varie entre $0,0495 \mu\text{m}^3$ et $2,83 \mu\text{m}^3$. Nous constatons par ailleurs pour les profondeurs et volumes de pénétration, que les courbes pour le Co, Fe et Cr sont très voisines du fait des propriétés très proches des 3 éléments.

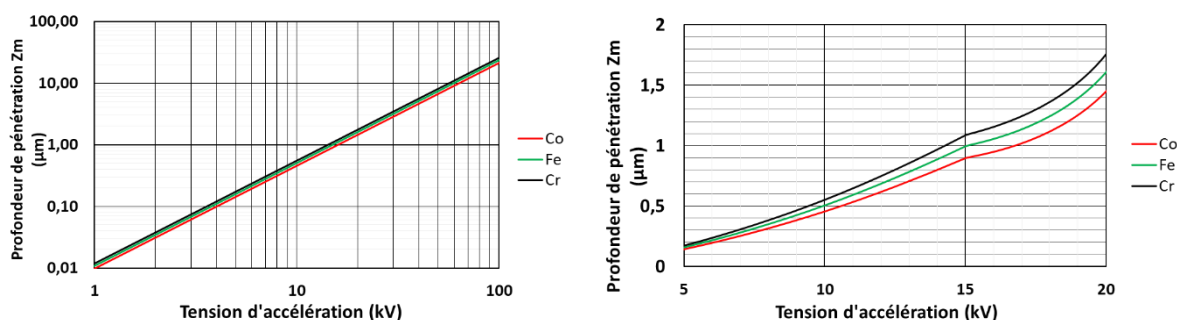


Figure II.17: Évolution de l'épaisseur de pénétration de l'électron en fonction de la tension d'accélération pour le Fe, Co et Cr : a) échelle log, b) échelle normale pour les tensions utilisées

Nous concluons, en comparant la Figure II.17-b pour le cas des analyses MEB-EDS et la Figure II.14 pour le cas des analyses DRX, que la profondeur analysée dans les mesures DRX est supérieure à celle analysée par MEB-EDS, entre 2 et $7 \mu\text{m}$ face à $1 \mu\text{m}$ respectivement. Cette information est à prendre en considération dans toutes les analyses qui seront réalisées sur la surface des revêtements afin de corrélérer la teneur en éléments mesurée par EDS et les dosages des phases cristallines estimés par DRX.

4.3. Diffraction des électrons rétrodiffusés - EBSD

La diffraction des électrons rétrodiffusés ou EBSD est une technique qui utilise la diffraction des électrons rétrodiffusés pour remonter à l'orientation cristalline des grains dans la microstructure afin d'obtenir des cartographies d'orientation et aussi leur nature cristallographique : on parlera de cartographies de phases.

Dans ce travail, la technique EBSD est employée afin de corrélérer la nature et le dosage des phases observées en coupe du revêtement avec ceux obtenus en surface du revêtement par la technique DRX. Sachant que, pour cette dernière, le résultat donné est une valeur moyennée sur une surface donnée et que l'épaisseur affectée est comprise entre 2 et 7 μm . La technique est aussi utilisée pour caractériser la texturation des grains dans les zones déformées plastiquement sous l'action du cisaillement et pour identifier l'épaisseur de la transformation de phase induite par plasticité.

Le microscope électronique à balayage utilisé pour cette technique étant le JOEL JSM-7100TTL LV qui est un microscope à effet de champs FEG équipé d'un détecteur EBSD (Nordlys Nano, Oxford Instruments) qui vient s'insérer dans la chambre. Il est composé d'un écran phosphorescent et d'une caméra CCD qui permet de capter et traiter les clichés de diffraction de manière automatique (logiciel AZtec, Oxford Instruments).

L'échantillon est placé dans la chambre faisant un angle d'inclinaison de 70° par rapport à l'horizontale permettant d'avoir une émission maximale d'électrons rétrodiffusés. L'interaction de ce qu'on appelle les cônes de diffraction (cônes de Kossel) des plans cristallins avec l'écran fluorescent donne lieu à des lignes de Kikuchi si les électrons rétrodiffusés sont positionnés en condition de Bragg pour une famille donnée de plans. On obtient ainsi les diagrammes de Kikuchi [SCH14].

Les cartographies dites d'orientation et de phases sont obtenues en balayant la surface à analyser par le faisceau d'électrons, les paramètres de balayage sont optimisés selon la nature de la microstructure, fine ou grossière, et aussi les informations auxquelles nous souhaitons remonter.

La précision de l'identification des plans cristallins est liée à ce qui est appelé "MAD" pour "Mean Angular Deviation" qui représente la déviation angulaire moyenne entre les lignes de Kikuchi mesurées par le logiciel et celles calculées théoriquement pour les bandes de Kikuchi. Ainsi un "MAD" élevé ($>1^\circ$) impliquerait donc une confiance d'indexation faible.

Les pixels noirs sur les cartographies représentant les points non indexés, il est important de maximiser le taux d'indexation en optimisant les paramètres de l'essai (notamment la tension d'accélération, courant ($\sim 15 \text{ nA}$), angle d'incidence (70°), regroupement de pixels (2x2, 4x4, 8x8)). Nous citons sur Tableau II.9 les paramètres d'essais utilisés dans ce travail incluant le pas de mesure et la vitesse d'acquisition. On donne également les valeurs du "MAD" moyen.

On présente sur la Figure II. 18 trois diagrammes de Kikuchi sur le même échantillon et pour les trois phases CFC, HC et CC respectivement sur lesquelles nous mentionnons aussi la valeur du "MAD" pour chacune de ces phases. On précise que la tension d'accélération utilisée dans toutes les analyses est de 20 kV et l'angle d'inclinaison de l'échantillon est de 70° .

Nous donnons également les définitions des grandeurs que nous avons utilisées pour quantifier la distorsion du réseau après sollicitation :

KAM (en degrés) : pour Kernel Average Misorientation qui signifie la désorientation locale au niveau du pixel par rapport aux pixels voisins.

GOS (en degrés) : pour Grain orientation Spread qui signifie l'écart type des différentes orientations à l'intérieur d'un grain par rapport à l'orientation moyenne du grain. On peut aussi le calculer à partir de la désorientation moyenne entre chaque pixel du grain et tous les autres pixels de ce grain [WRI11].

Dans ce travail, le logiciel Channel 5 calcule d'une manière automatique ces grandeurs.

Tableau II.9 : Paramètres d'acquisition EBSD utilisés dans ces travaux via le logiciel Aztec

Paramètres de mesure		MAD moyen		
Vitesse d'acquisition (Hz)	Pas de mesure (μm)	CFC	HC	CC
$22,38 \leq f \leq 66,30$	1	$0.34 \leq \text{MAD} \leq 0.73$	$0.57 \leq \text{MAD} \leq 1.42$	$0.36 \leq \text{MAD} \leq 1,21$

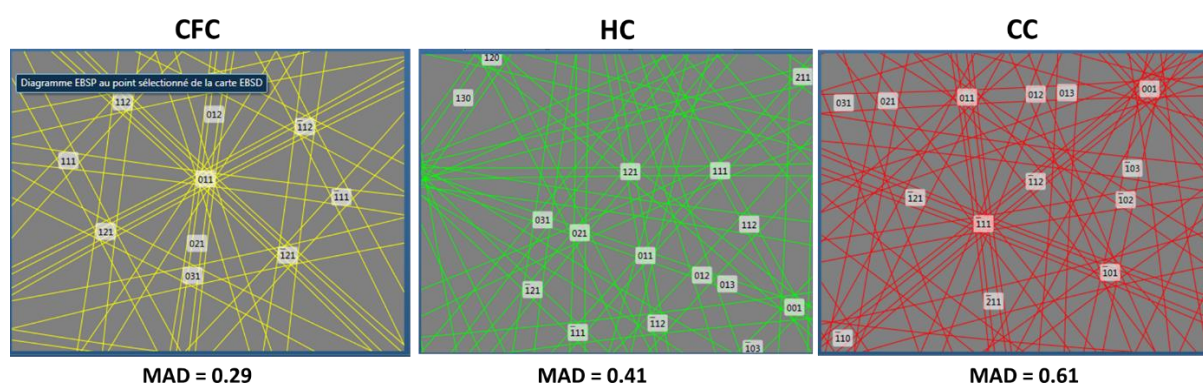


Figure II. 18: Exemple de Diagrammes de Kikuchi pour les phases CFC, HC et CC avec les valeurs de "MAD" respectives sur un point sélectionné de la carte

Du fait de la complexité de la préparation de la surface en raison de l'épaisseur du revêtement qui est très fine en plus de polir un bimatériel (substrat + revêtement), il a été choisi d'opter pour un polissage par décapage ionique appelé "CrossPolisher". Le décapage ionique est la technique la plus adaptée pour avoir une surface propre pour observer l'extrême surface d'un échantillon en coupe tout en évitant l'écrouissage dû à la préparation de l'échantillon.

Nous présentons un bref descriptif de la méthode "CrossPolisher" en annexe E. On note que les échantillons sont d'abord découpés suivant certaines dimensions requises. Le parallélisme est exigé entre les deux faces supérieure et inférieure de l'échantillon afin d'observer la face de coupe en extrême surface. Pour ce faire, l'échantillon est inséré dans un outil spécial puis poli à la main avec un système de va et vient jusqu'à atteindre le parallélisme par enlèvement de matière (Handy Lap, JEOL).

Les cartographies brutes obtenues sont acquises par le logiciel Aztec (Oxford Instruments), puis exploitées par les logiciels Channel 5 (Tango, Mambo) et AZtec Crystal (Oxford Instruments). On obtient ainsi les différentes informations qui nous intéressent telles que :

- Le contraste de bandes ;
- La nature des phases ;
- La morphologie et la déformation interne des grains ;
- La nature des interfaces ;
- La cartographie d'orientation ;
- Le diagramme des figures de pôle inverse : IPF, permet de mettre en évidence des effets de texture suivant un axe donné : X, Y ou Z. Sachant que X est la direction horizontale de l'image présentant donc l'axe d'inclinaison. Y est la direction verticale de l'image. Z est la normale à la surface polie.

4.4. Microscope Confocal à champ étendu

La topographie des surfaces est mesurée à l'aide d'un microscope confocal à champ étendu de marque AltiMet. Il est utilisé dans ces travaux afin d'évaluer la rugosité de surface sachant que cette propriété a une grande incidence sur le comportement mécanique en particulier la fatigue à grand nombre de cycles. Nous utilisons aussi cette technique pour évaluer la profondeur et la largeur de la trace d'usure des disques de tribologie à partir desquelles nous pouvons estimer les volumes d'usure.

La lumière polychromatique (lumière blanche) incidente traverse un objectif chromatique et se focalise sur un point à une altitude Z . La lumière revenant du point à l'altitude Z traverse l'objectif et est réfléchiée par la lame semi-réfléchissante vers un détecteur. Une position Z donnée correspond à une longueur d'onde donnée grâce à un capteur de distance intégrant des lentilles chromatiques créant ainsi un continuum d'images monochromatiques. Un schéma explicatif du principe du fonctionnement est montré en Figure II.19. La position du point de focalisation est déterminée par la suite avec précision grâce à un spectromètre qui identifie la longueur d'onde de la lumière réfléchiée et la convertit en position.

Il est possible de choisir entre 2 sondes sur l'appareil AltiMet à 2 champs de mesure différents : 350 μm et 3 mm respectivement. La sonde que nous utilisons dans tous ces travaux étant celle de 350 μm .

Afin que le faisceau balaye une surface donnée dont les dimensions sont préalablement déterminées sur le logiciel AltiSurf, c'est la table qui se déplace suivant les deux axes X et Y avec un pas minimal de 0.6 μm et une vitesse de retour entre deux lignes de mesures successives à sélectionner par l'utilisateur. Afin d'assurer le balayage, l'appareil est connecté à un contrôleur CHR-150 qui est un coffret opto-électronique de traitement qui permet aussi d'augmenter la sensibilité à la lumière réfléchiée en éliminant en quelques opérations le bruit de fond. On résume dans le Tableau II.10, les caractéristiques de l'appareil présent au laboratoire.

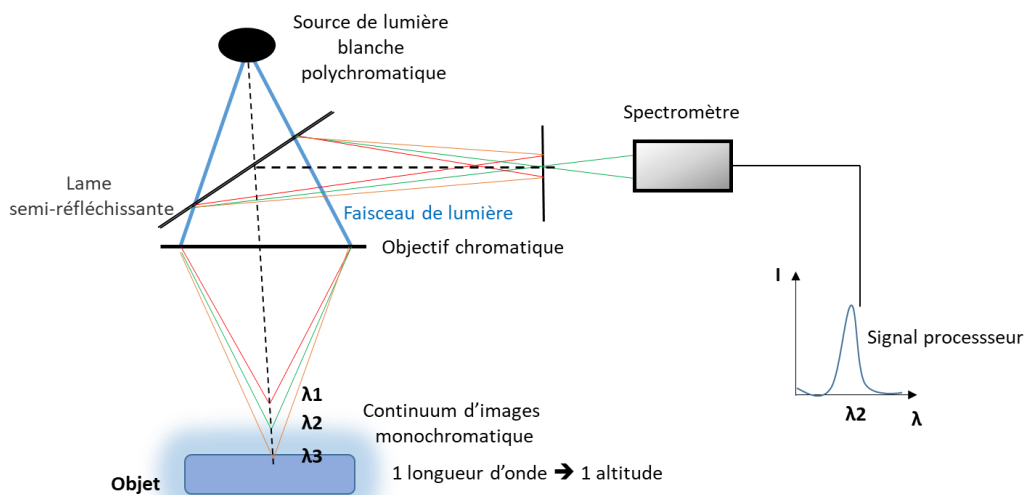


Figure II.19: Schéma de fonctionnement du microscope confocal à champ étendu

Tableau II.10: Caractéristiques du microscope confocal Altisurf 520

Paramètres de réglage			Propriétés des sondes optiques				
Champ de travail maximal (mm× mm)	Pas de déplacement (μm)	Vitesse de retour (μm/s)	Champs de mesure de la sonde	Distance de travail (mm)	Résolution axiale (nm)	Résolution latérale (μm)	Angle limite de réflexion (°)
200×200	≥ 0.6	≥ 0.5	350 μm	12	10	1.8	27
			3 mm	38	100	6	15

Les données brutes sont générées dans un fichier (.SUR) qui est post-traité avec le logiciel AltiMap. Les principales opérations pour traiter les profils bruts sont :

- Bouchage des trous : afin d'éliminer les points non mesurés
- Redressement de la surface, qui est une opération qui vise à minimiser les variations par rapport à chacun des coefficients du plan moyen.
- Filtrage en utilisant le filtre adéquat (0.8 μm ou 2.5 μm dans ces travaux).
- Représentation des profils traités
- Génération d'un tableau de paramètres englobant les paramètres de rugosité souhaités (Ra,Rz,Rq...etc)

Le Ra sera un indicateur de rugosité pour l'étude de fatigue et aussi un indicateur du facteur de concentration de contraintes à partir d'une topographie de surface.

Sur les traces d'usure, quatre zones de dimensions 5 mm (pas de 10 μm) x 3 mm (pas de 10 μm) (5 x 3 mm²) sont scannées et sont ensuite traitées par le logiciel altisurf pour en définir un profil moyen et donc une surface d'usure moyenne. Pour estimer le volume d'usure, cette surface est multipliée par 2.π.R, R étant le rayon moyen laissé par la trace d'usure sur le disque.

On présente sur la Figure II.20 un exemple dans lequel on montre sur une trace d'usure (5 x 3 mm²) d'un disque de tribologie le passage d'une cartographie brute à une cartographie corrigée des points non mesurés, puis redressée pour extraire enfin le profil traité. Dans cette figure, seul le profil moyen est représenté.

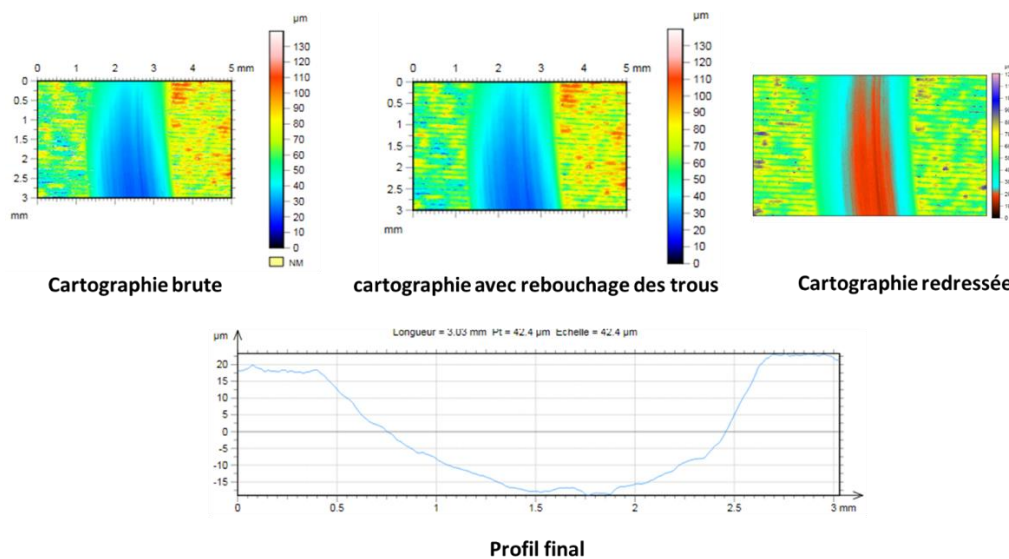


Figure II.20: Étapes de traitement d'une cartographie brute obtenue par Altisurf et post-traité par AltiMap dans le cas d'une trace d'usure

4.5. Caractérisation mécanique par microdureté

Le microduromètre disponible au laboratoire est un BUHLER Micromet 2001. L'indenteur est un pénétrateur diamant à base pyramidale avec un angle de 136° entre les faces afin d'obtenir des empreintes en losange, on parle donc de dureté Vickers HV. Les charges que nous utilisons dans ce travail sont 25g et 200g.

Comme spécifié dans le paragraphe préparation des échantillons, tous les échantillons sont enrobés puis polis miroir jusqu'à $1\text{ }\mu\text{m}$.

L'évolution de la microdureté de la surface du revêtement vers l'interface substrat/revêtement est identifiée via des filiations de micro-duretés. Le programme est établi de telle sorte que la distance entre 2 empreintes voisines est au minimum égale à 2,5 fois la taille de l'empreinte, ce qui ramène à faire des empreintes en diagonale afin d'augmenter le nombre d'empreintes dans le revêtement. Ce type de filiation augmente la précision de la mesure de la variation de la dureté dans tout le revêtement et pour cela, nous utilisons une charge de 25g pour les revêtements des disques de tribologie et des éprouvettes de fatigue.

Un schéma illustratif est montré en Figure II.21. La distance de la surface du revêtement rapportée sur l'axe des abscisses dans les chapitres résultats est la distance de chaque empreinte par rapport à la surface dans le sens vertical.

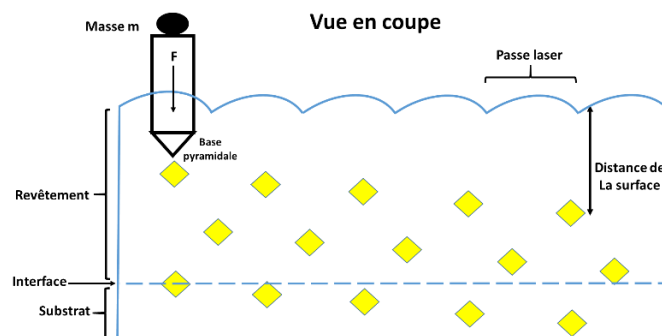


Figure II.21: Schéma de la filiation de microdureté dans le revêtement avec un indenteur Vickers

5. Les moyens d'essais pour les sollicitations surfaciques et volumiques

5.1. Sollicitations surfaciques

5.1.1. Le Tribomètre pion sur disque

Le tribomètre utilisé dans la campagne d'essais tribologiques est un tribomètre CSM Instruments (Figure II.22). Pour ce travail, les essais sont réalisés à température ambiante et pression atmosphérique. Les essais sont de type bille sur disque. La charge normale est appliquée par des masses mortes via le porte-bille. La bille est placée en contact avec la surface du disque sous une charge prédéfinie. Le dispositif est monté sur un bras de levier, et associé à un capteur de déplacement. Durant l'essai, la force tangentielle de glissement F_t est déterminée en mesurant la déflexion de ce bras élastique via des capteurs LVDT. Le coefficient de frottement μ est alors calculé durant le test par le rapport $\frac{F_t}{F_N}$, la force normale F_N appliquée étant fixe.

La bille utilisée dans nos essais est en alumine Al_2O_3 avec un rayon de 3 mm. Le diamètre de la bille $d(mm)$ est à prendre en considération car il conditionne la contrainte appliquée localement. Le choix de la nuance Al_2O_3 est justifiée par la dureté de l'alumine plus élevée que celle des alliages base cobalt. De plus, l'alumine ne contient pas de fer, ainsi celui identifié en surface de la trace d'usure est dû uniquement au phénomène de dilution depuis le substrat vers la surface du revêtement durant le procédé SLM et n'est pas la conséquence d'un transfert de matière de la bille vers le disque durant l'essai de frottement.

Le revêtement est appliqué sur toute la surface du disque de diamètre $D=55mm$. Le disque est en rotation.

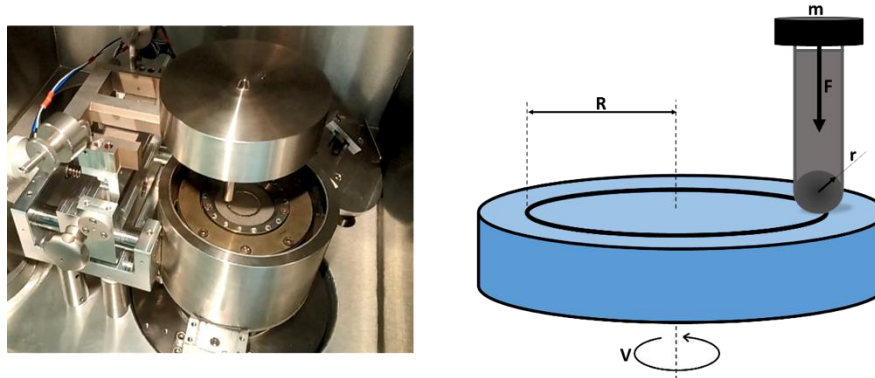


Figure II.22: Image de fonctionnement du tribomètre CSM instruments et un schéma illustratif du fonctionnement de l'essai

Un capteur permet également de détecter le niveau exact de la tige dans le sens vertical ce qui traduit une profondeur de pénétration P_N au fur et à mesure du frottement.

Nous avons utilisé les mêmes paramètres d'essai pour tous les essais tribologiques (tableau II.14) comparatifs sur les revêtements à différents nombres de couches. Pour l'essai tribologique qui concerne les essais interrompus sur un revêtement à 8 couches, les paramètres d'essais restent inchangés hormis la distance de glissement. Les interruptions d'essais et les analyses de la trace d'usure sont alors réalisées pour des intervalles de distance de glissement de l'ordre de 300 mètres et la distance totale cumulée est dans ce cas égale à 11300m. Pour tous les essais et pour chaque nouvelle reprise d'essai tribologique, l'antagoniste est toujours une bille en Al_2O_3 de diamètre 6 mm neuve.

Tableau II. 11 : Paramètres d'essais de frottement utilisés pour toute la campagne de tribologie à différents nombres de couches

Charge normale	Rayon de la trace d'usure	Vitesse de glissement	Vitesse de rotation	Distance de glissement		Durée de la sollicitation
				m	Nombre de cycles	
N	mm	mm/s	trs/mn			
30	14,2	371,8	250	1865	20897	1h 23min

5.1.2. Fabrication des revêtements sur les disques de tribologie

Deux campagnes de fabrication ont été réalisées pour l'élaboration des revêtements à différents nombres de couches sur des disques en acier C35. Dans chacune des campagnes, le disque est vissé sur le plateau de fabrication et les échantillons sont réalisés un par un pour assurer un intervalle de

temps de 34s entre chaque couche. Les paramètres de fabrication des couches de CoCrMo sont rappelés dans le Tableau II.12. Ce sont ceux préconisées par le fabricant de la machine utilisée SLM Solutions excepté l'angle de rotation fixé à 60°.

Nous attirons l'attention sur le fait que les deux campagnes de fabrication (appelées dans les chapitres résultats 1^{ère} et 2^{ème} campagne (ou lot) de fabrication) ont été espacées dans le temps (8 mois).

Les deux séries de fabrication ont été réalisées dans les mêmes conditions, mais avec 7 mois entre les deux et une opération de maintenance dans ce laps de temps au cours de laquelle la puissance du flux d'argon a été modifiée, passant de 6,32 m/s à 4,14 m/s. Le Tableau II.13 récapitule les différents échantillons et leur caractéristique (nombre de couches réalisées).

Tableau II.12 : Paramètres laser utilisés dans la campagne de tribologie

Puissance (W)	275
Vitesse (mm/s)	800
Hatching : Distance entre passes (μm)	120
Angle de rotation entre couches	60°

Tableau II.13 : Nombre de couche selon la fabrication des revêtements sur les disques de tribologie

1 ^{er} lot de fabrication			2 ^{ème} lot de fabrication		
Nombre de couches	Nombre de disques	Flux d'argon	Nombre de couches	Nombre disques revêtus	Flux d'argon (m/s)
4	2	6,32	2	1	4,14
6	1		4		
7	1		5		
8	2		6		
10	1		7		
20	1		8		
			10		

5.2. Sollicitations volumiques

5.2.1. La machine de fatigue

La machine de fatigue uniaxiale utilisée pour réaliser la campagne d'essais de fatigue est une machine hydraulique de traction compression MTS modèle 810 qui permet de fournir une charge maximale de 100 kN. Elle permet de réaliser des sollicitations cycliques avec une fréquence qui peut aller jusqu'à 100 HZ (Figure II.23).

Cette machine est équipée d'un montage de flexion conçu et dimensionné suivant nos éprouvettes afin de convertir l'effort de compression en contrainte de flexion sur l'éprouvette. Le montage permet de réaliser des essais en flexion 4 points. Il est en acier C35 et les 4 rouleaux d'appuis sont en acier à outil. Un schéma de la configuration est montré en Figure II.24.

Le système de la machine est constitué d'une traverse et d'un vérin, placés dans la partie supérieure et inférieure de la machine respectivement, dotés d'un système de serrage qui permet de serrer les 2 tiges du montage sur les mors avec une mollette. Le serrage est renforcé par la suite en activant la pression hydraulique.

La traverse est réglable en hauteur manuellement avec une action hydraulique. La position du vérin est réglable via le logiciel BasicTest.

L'essai cyclique est piloté par le déplacement du vérin. Des capteurs permettent de mesurer la force appliquée et de détecter la position du vérin lors du chargement cyclique. Avant de lancer le chargement cyclique, des limites inférieures et supérieures sont imposées pour le déplacement et pour la force afin d'éviter l'endommagement de la machine ainsi que le montage de flexion.

Dans ce travail, le pilotage des essais se fait par force imposée afin d'obtenir des courbes de Wöhler σ -N.

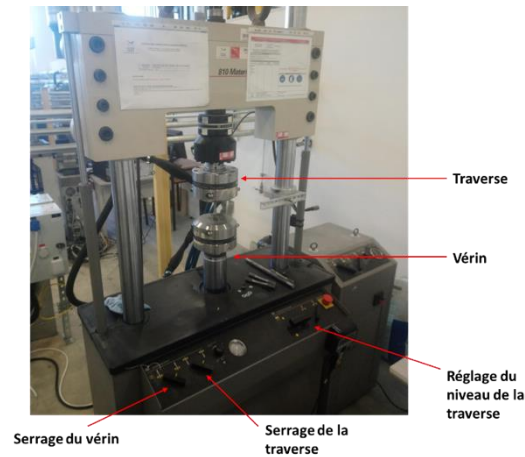


Figure II.23: Machine de fatigue MTS 810

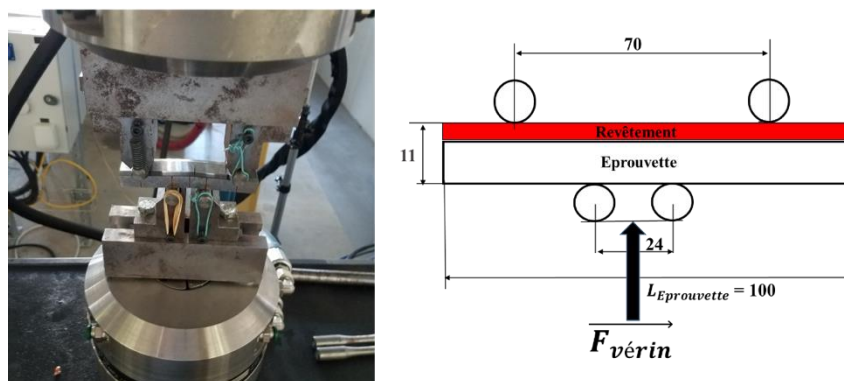


Figure II.24: Montage de fatigue en photo et en schéma

5.2.2. Fabrication des revêtements sur les éprouvettes de fatigue

Pour l'étude du comportement en fatigue, seuls deux types de revêtement ont été réalisés : un revêtement à 4 couches et un autre à 8 couches. Contrairement aux échantillons tribologiques, nous avons réalisés ces éprouvettes 3 par 3 comme montré sur la Figure II.25. Dans ces conditions, l'intervalle de temps entre chaque couche est de 52 s. Nous avons fixé les éprouvettes sur le plateau de fabrication par de la colle céramique afin de pouvoir par la suite les retirer facilement et éliminer la colle avec de l'acétone. Les paramètres SLM préconisés par le constructeur SLM Solutions sont utilisés excepté l'angle de rotation fixé à 60° . L'état des fabrications réalisées est donné sur le Tableau II.14.

Tableau II.14 : État des fabrications des éprouvettes de fatigue

Fabrication	Nombre	Nombre de couches	Flux d'éjection d'argon
1	3	4	6,32
2	3	4	
3	3	4	
4	3	4	
5	3	4	
6	3	8	
7	3	8	

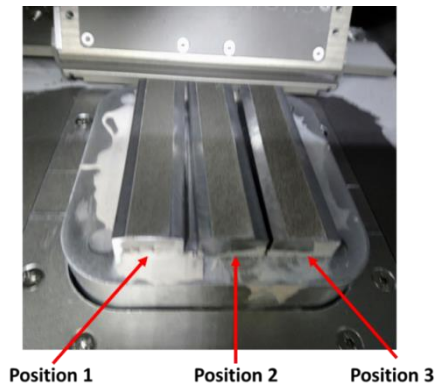


Figure II.25 : Emplacement des éprouvettes de fatigue sur le plateau de fabrication SLM pour la fabrication des revêtements : configuration pour 3 éprouvettes par fabrication

5.2.3. Conditions d'essais en fatigue

Au préalable de la réalisation des essais, le PID de la machine a été réglé et adapté au montage à basse fréquence et basse contrainte : les essais ont été réalisés avec une fréquence de sollicitation de $f = 20$ Hz avec un rapport de charge $R_\sigma = 0,13$. Nous avons limité les contraintes appliquées afin de viser le domaine à grand nombres de cycles entre 10^5 et 10^7 cycles pour le substrat brut.

Chaque essai a fait l'objet d'une surveillance durant les 1000 premiers cycles afin de contrôler le niveau réel de la consigne et de détecter d'éventuelles vibrations qui auraient pu provoquer le déplacement de l'éprouvette hors de ses appuis.

6. Conclusions

Dans ce chapitre qui décrit les différents dispositifs utilisés le long des campagnes expérimentales ainsi que la nuance des matériaux utilisés, plusieurs points, pour l'analyse des résultats obtenus, ont été mis en évidence qu'il est important de prendre en considération dans la suite de ce travail.

Dans le protocole d'utilisation de la machine de fabrication additive SLM, une grande attention sera portée au réglage de la planéité du joint racleur par rapport au plateau de fabrication. Ceci a un impact sur l'épaisseur des premières couches déposées et donc a une incidence directe sur la microstructure du revêtement qui ne fait que quelques couches. En outre, le dépôt de la première couche se faisant de manière manuelle, ceci expliquera que l'épaisseur réelle est différente de l'épaisseur théorique.

Afin de quantifier la dilution du fer dans le revêtement, les mesures EDS en surface affectent une épaisseur aux alentours de $1\ \mu\text{m}$, tandis que celle affectée par l'analyse DRX pour l'identification des phases cristallines varie entre 2 et $7\ \mu\text{m}$.

CHAPITRE 3 : ÉTUDE DE L'ÉTAT MICROSTRUCTURAL DU REVÊTEMENT OBTENU PAR SLM A PARTIR D'UNE POUDRE BASE COBALT

1. Introduction

Ce chapitre constitue une étude préliminaire qui consiste à investiguer les propriétés du revêtement élaboré par procédé SLM en utilisant la poudre base cobalt sur un substrat base fer. La microstructure inclue la composition chimique dont la dilution du fer depuis le substrat vers la surface, la nature des phases cristallines qui se forment et aussi la propriété de dureté qui renseigne sur la nature de la microstructure.

Les campagnes expérimentales présentées dans ce chapitre auront pour but de justifier la démarche adoptée par la suite dans l'étude de l'évolution microstructurale sous sollicitation tribologique et en fatigue. Nous devons rappeler que la microstructure d'un revêtement obtenu par le procédé de fabrication additive en lit de poudres SLM n'est pas traité dans la littérature car le procédé SLM est préférentiellement dédié aux pièces volumiques.

Ce chapitre est divisé en 2 parties : la première partie est une investigation globale d'analyse de la microstructure du revêtement afin d'établir des liens avec le procédé. Dans la deuxième partie, nous présentons la campagne expérimentale avec une analyse de la microstructure d'un point de vue dureté et composition chimique. La démarche expérimentale présentée dans cette partie permettra d'expliquer le choix expérimental pour l'étude du comportement mécanique dans le prochain chapitre.

2. Lien entre paramètres du procédé SLM et microstructure

Afin d'apporter une première compréhension de l'influence des paramètres du procédé SLM sur la microstructure du revêtement, notamment la dilution du fer dans la poudre base cobalt, l'influence des paramètres laser dont la puissance et la vitesse ont été étudiés. Comme cité dans le chapitre 1, la densité d'énergie volumique apportée dans la poudre est fonction de ces deux paramètres (eq.1.1). Dans la suite du document, pour calculer la densité d'énergie volumique, nous prendrons une distance entre passe de 120 μm et une épaisseur de couche de 50 μm . La dilution du fer étant thermiquement activée, l'évolution des deux paramètres devrait impacter la quantité de fer dilué jusqu'à la surface du revêtement.

La dilution du fer dans le revêtement base cobalt a été identifiée par la teneur massique en fer en surface du revêtement qui est mesurée par des analyses EDS sur des surfaces de $1 \times 1 \text{ mm}^2$ (4 fenêtres de $1 \times 1 \text{ mm}^2$) soit un volume d'analyse de $0,004 \text{ mm}^3$ (confère chapitre 2- paragraphe 4.2.3). La valeur renseignée est donc moyennée sur la surface du revêtement. Par ailleurs, afin d'identifier les phases cristallines présentes en surface, des analyses DRX sont réalisées sur une zone rectangulaire de $5 \times 5 \text{ mm}^2$ soit un volume d'analyse de $0,175 \mu\text{m}^3$ au centre de la surface du revêtement.

2.1. Campagne de fabrication avec variation de la densité d'énergie volumique

Afin d'optimiser la durée de fabrication de l'ensemble des échantillons, le substrat en C35 a la forme d'un disque dont le diamètre et l'épaisseur sont de 10mm qui est vissé sur le plateau de fabrication (confère chapitre 2- paragraphe 3.2.1). Pour que les fabrications se déroulent simultanément, 7

rangées de 6 disques sont fixées sur le plateau de fabrication, uniquement 15 échantillons positionnés sur 5 lignes et 3 colonnes sont lasés (Figure III. 1). La forme cylindrique est justifiée par le fait que cette forme permet d'éviter l'effet d'arrêtes lors du passage du racleur.

Le nombre de couches construites est égal à 4 dans cette campagne de fabrication. Hormis la puissance et la vitesse de balayage, tous les paramètres du procédé sont gardés constants et sont ceux conseillés par le constructeur excepté l'angle de rotation entre de la passe laser d'une couche à la suivante qui est pris à 60° au lieu de 67° afin de revenir à la même direction toutes les trois couches. Les mêmes paramètres sont employés sur la construction de tout le revêtement sans distinction entre le cœur et les bords de celui-ci.

Dans la matrice puissance/vitesse donnée en Figure III. 1, un des jeux de paramètres correspond à celui préconisé par le constructeur SLM pour une énergie par unité de volume de 57 J/mm³. On note que le temps de fabrication d'une couche varie car la vitesse de balayage du laser varie par contre l'intervalle de temps entre couches successives reste le même et est égal à 29s.

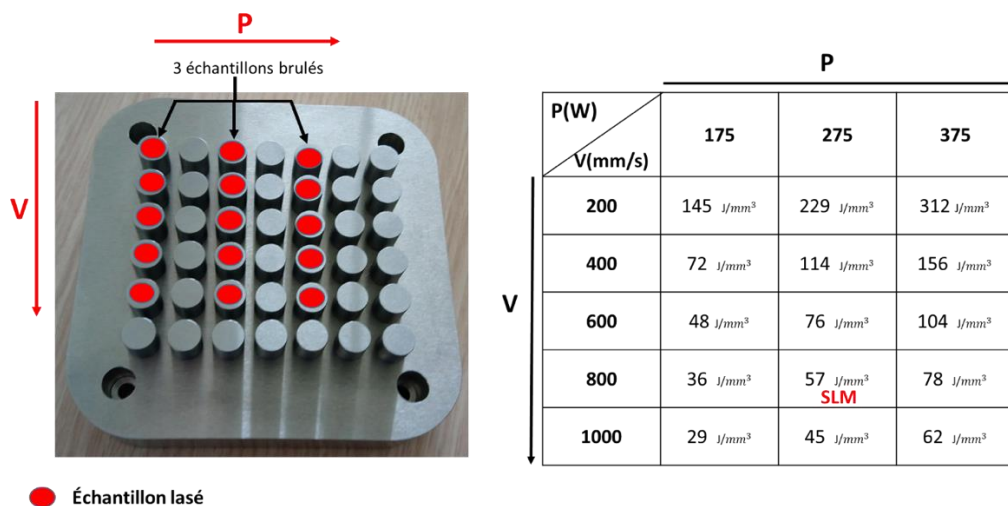


Figure III. 1 : Matrice de jeu de paramètres Puissance et Vitesse avec l'emplacement de chaque échantillon sur le plateau de fabrication

2.2. Évolution de la teneur massique de fer en surface des revêtements

Quel que soit le jeu de paramètres utilisé, on constate une certaine quantité de fer qui migre de l'interface vers la surface du revêtement. Afin d'identifier l'impact des paramètres laser sur la dilution du fer dans le revêtement, on se propose de tracer sur la Figure III. 2, l'évolution de la teneur massique moyenne en fer en surface des revêtements en fonction des paramètres du laser. Ces paramètres laser sont présentés en densité d'énergie volumique du procédé (Figure III. 2), et en termes de puissance pour des vitesses constantes ou de vitesse pour des puissances constantes (Figure III. 3 : a & b).

La quantité de fer en surface a tendance à augmenter en fonction de la densité d'énergie volumique et celle-ci est toujours supérieure à 40% massique. On peut noter que pour des densités trop élevées (supérieures à 150 J/mm³) les échantillons sont brûlés car l'apport d'énergie est trop important. Si ces trois échantillons sont retirés du graphe, on constate que la linéarité est moins marquée.

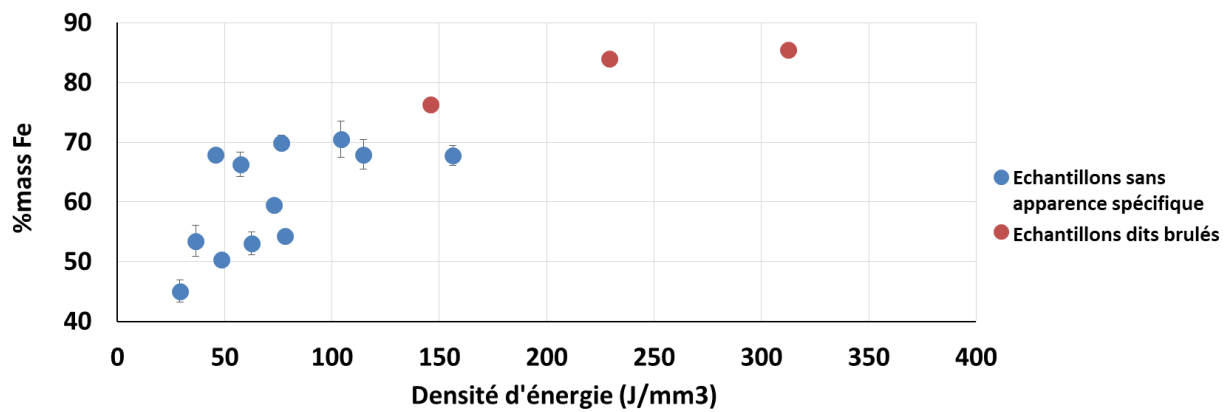


Figure III. 2 : Influence de la densité d'énergie sur la quantité de fer (% massique) mesurée par EDS en surface des revêtements

Les résultats de la Figure III. 3 : montrent que la quantité de fer augmente légèrement entre 175W et 375W pour les vitesses de 200 mm/s, 400 mm/s et 600mm/s. On peut aussi remarquer que pour une même puissance, la teneur en fer diminue quand la vitesse augmente et ce constat est d'autant plus marqué pour une puissance de 175W.

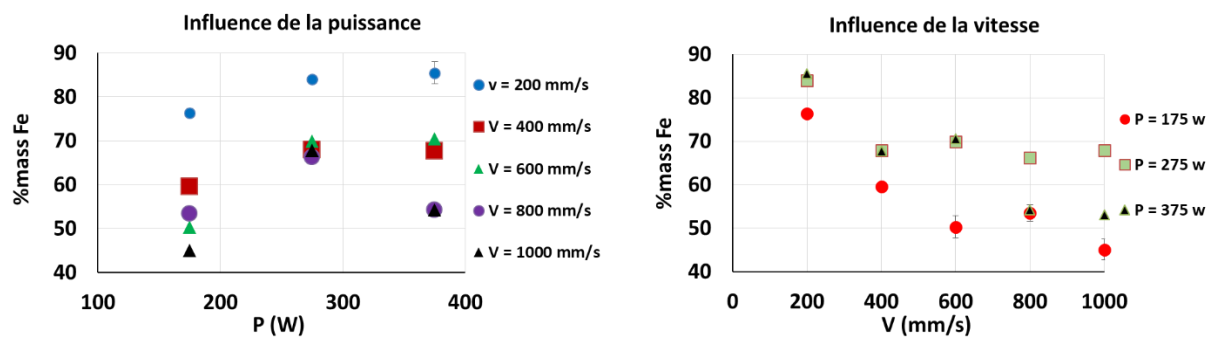


Figure III. 3 : Influence sur la teneur massique en fer en surface de la puissance à iso-vitesses et de la vitesse à iso-puissances

Force est de constater que pour un revêtement de 4 couches, la paramétrie du procédé ne permet pas d'obtenir des teneurs en fer contrôlées car les facteurs qui régissent la dilution du fer dans le revêtement base cobalt sont visiblement plus variés et plus complexes faisant appel à différents phénomènes tels que le temps de lasage et aussi des phénomènes fluidiques suite au mouvement du bain de fusion.

D'autres paramètres techniques peuvent influencer cette dilution tels que la quantité de poudre entraînée par le racleur lors de la première couche et les défauts de planéité du substrat additionné à celui du plateau.

2.3. Évolution des phases cristallines

Les analyses DRX montrent l'existence de deux phases CFC+CC en surface du revêtement quel que soit le jeu de paramètres utilisés. On montre sur la Figure III. 4, l'évolution de la phase indiquée CC en DRX en fonction de la densité d'énergie du procédé et celle-ci a tendance à augmenter quand la densité d'énergie volumique augmente. Si on corrèle cette valeur avec la teneur massique de fer en surface (Figure III. 5 & Figure III. 4), il existe une loi linéaire entre ces deux grandeurs.

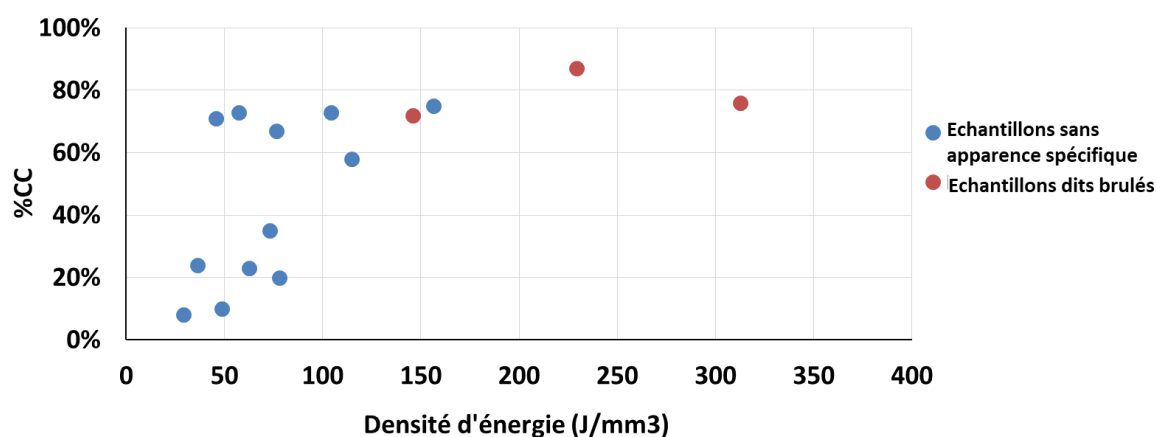


Figure III. 4 : Evolution du taux de la phase CC en fonction de la densité d'énergie du procédé

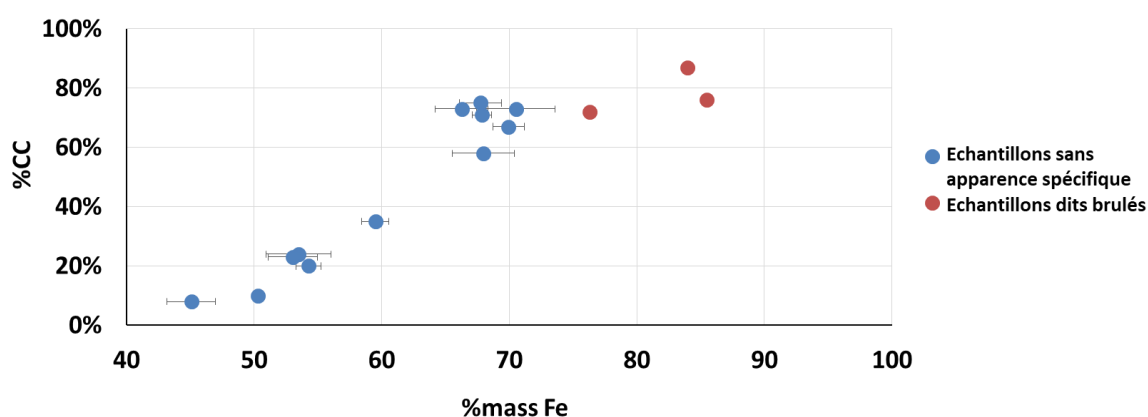


Figure III. 5 : Evolution du taux de la phase CC en fonction de la teneur massique moyenne en surface des revêtements en jouant sur les paramètres du procédé P et V

L'évolution du taux de phase indiquée CC par DRX suit une tendance très similaire que celle de la teneur en fer. Le taux de phase CC présente en surface du revêtement évolue beaucoup en fonction de la densité d'énergie volumique du procédé mais aucune tendance spécifique n'a été observée. Les raisons probables seraient les mêmes que celles avancées précédemment concernant la teneur massique en fer. En revanche, une corrélation entre les phases cristallines et la teneur en fer semble établie.

Le taux de phase CC est quasiment constant entre 45% et 50% massique en fer et augmente linéairement entre 50% et 70% massique avant de tendre vers une asymptote au-delà. Cette phase identifiée CC par DRX est en fait de la martensite α' CC, comme on pourra le vérifier par des mesures de micro-dureté. L'alliage formé est alors fortement base fer (puisque la teneur en fer est supérieure à 50% massique) ce qui fait que la transformation de phase $\text{CFC} \rightarrow \alpha'$ CC, caractéristique des aciers, peut se produire lors du refroidissement rapide en procédé SLM. On n'atteint pas 100% de martensite α' CC (le taux de α' CC commence à tendre vers une valeur constante à partir de 70% massique en fer) et une hypothèse serait que de l'austénite résiduelle est toujours présente après refroidissement rapide même pour du fer pur.

2.4. Nature de la microstructure

Il a été observé après attaque chimique NITAL (chapitre 2, paragraphe 3.2.1) que la microstructure est de nature cellulaire pour tous les échantillons. On note que la durée de l'attaque n'est pas la même suivant la teneur en fer dans l'échantillon, et a donc été adaptée d'un échantillon à l'autre.

Sur la Figure III. 6 les analyses EDS, montrent que la région la moins attaquée est moins riche en fer que la région la plus attaquée. Les teneurs en fer mesurées confirment qu'il se forme, dans le revêtement, une solution solide de substitution du fer dans le cobalt ou de cobalt dans le fer. Cette notion de solution solide entre le fer et le cobalt est confirmée par la littérature car les rayons atomiques sont très proches (2,37 Å pour le fer et 2,33Å pour le cobalt [RAH17]) et que la miscibilité est totale entre le fer et le cobalt à haute température (>985°C) [DAV00, BAT60].

Cela rappelle la structure cristalline composée de deux phases CFC et CC indiquées précédemment par DRX. Chacune des phases serait alors de composition chimique différente.

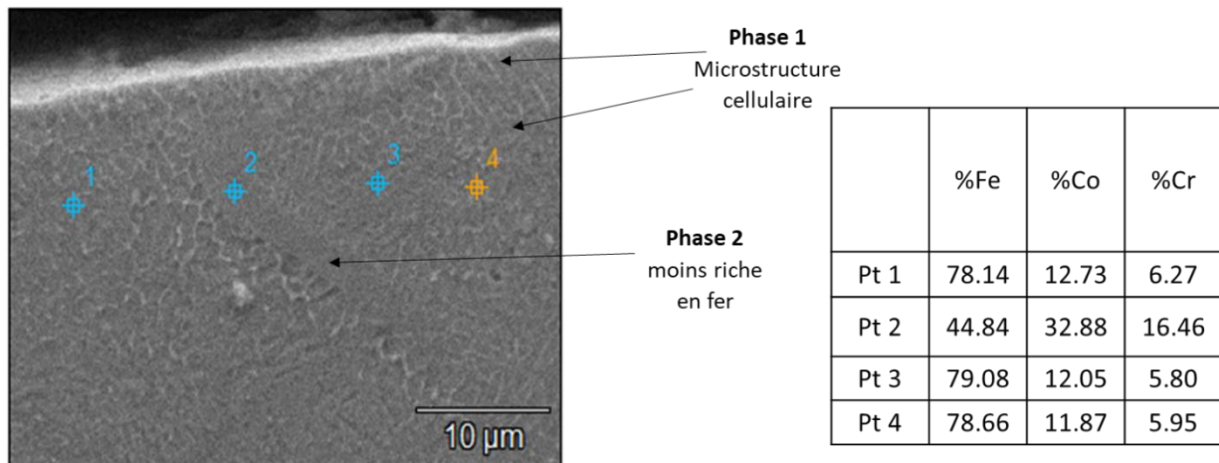


Figure III. 6 : Analyse EDS par point en coupe afin de montrer l'hétérogénéité de la composition chimique sur un revêtement construit par les paramètres P et V préconisés par SLM.

Si on peut supposer que l'une des deux phases observées en coupe près de la surface du revêtement correspondrait à la phase CFC et l'autre région à la phase CC (indiquée par DRX), il n'est pas possible, avec nos moyens d'analyses, d'attribuer une région à une phase.

En se référant au diagramme de phases thermodynamique fer-cobalt [DAV00, BAT60] et pour des teneurs en fer supérieur à 45%, la phase CFC est présente à l'état solide pour des températures supérieures à 985°C et la phase CC qui est de la ferrite existe à température ambiante. Dans cette analyse, la présence de phase CFC à température ambiante confirme le refroidissement rapide lors du procédé impliquant une microstructure cellulaire [KUR98]. Par contre, si la phase CC indiquée par DRX est en réalité de la martensite α' CC, celle-ci est aussi hors équilibre et est le résultat d'un refroidissement rapide en présence de hautes teneurs massiques en fer. Auquel cas, tout le système biphasé CFC+ α' CC serait hors équilibre.

2.5. Conclusion partielle

Cette étude préliminaire a permis de montrer que vu la complexité des phénomènes physiques qui interviennent dans le procédé SLM, la paramétrie du procédé ne permet pas d'obtenir des niveaux de dilution du fer intéressants et contrôlés en surface du revêtement. Ceci nous pousse dans la suite de ce travail expérimental à basculer vers un autre paramètre, à savoir le nombre de couches pour des paramètres constants du laser afin de faire varier la quantité de fer dans le revêtement. Cependant, afin de comprendre les taux de dilution du fer, un travail sur la thermique du procédé par un modèle éléments finis simple a été engagé au cours de cette thèse via un stage de master recherche. Ce travail a permis d'identifier des niveaux de température dans un cas de passe unitaire (annexe F).

3. Revêtements à différents nombres de couches

Dans cette section, l'état microstructural sera étudié pour un revêtement obtenu à partir de la poudre base cobalt en faisant varier l'épaisseur totale du revêtement, ce qui revient à faire varier le nombre de couches fabriquées tout en appliquant les mêmes paramètres du procédé que ceux préconisés par le constructeur SLM.

Le but est donc de voir comment évolue la quantité de fer dans le revêtement en fonction du nombre de couches et son impact sur la microstructure et les phases cristallines qui se créent. La dureté des revêtements sera aussi une propriété intéressante à étudier car elle renseigne sur l'état de la microstructure.

3.1. Évolution de la teneur en fer en fonction du nombre de couches

Deux campagnes expérimentales sont menées indépendamment afin d'étudier l'évolution de la dilution du fer en fonction du nombre de couches. On utilisera des substrats C35 cylindriques de diamètre égal à 24mm. Le diamètre a été augmenté afin d'optimiser les techniques de caractérisation à notre disposition à savoir la DRX, l'analyse élémentaire par EDS et des mesures de microdureté. Le nombre de couches sur les disques en C35 est égal à 4, 5, 6, 7, 8 et 9 couches.

Les conditions de fabrication ne sont pas les mêmes entre les deux campagnes. La différence entre les deux étant que tous les échantillons sont obtenus dans la même fabrication lors de la première campagne expérimentale tandis que chaque échantillon est fabriqué séparément lors de la deuxième campagne de fabrication. La différence dans les conditions de fabrication n'est pas anodine pour ces deux campagnes comme on va le voir dans ce qui suit.

La Figure III. 7 : illustre les conditions de fabrication pour chacune des deux campagnes. Sur cette même figure sont schématisés les temps entre couches. L'intervalle de temps entre couches est par définition le temps d'exposition qu'il faut pour fabriquer une couche entière, additionné à celui du lasage du racleur avant de laser la couche sous-jacente [MOH20].

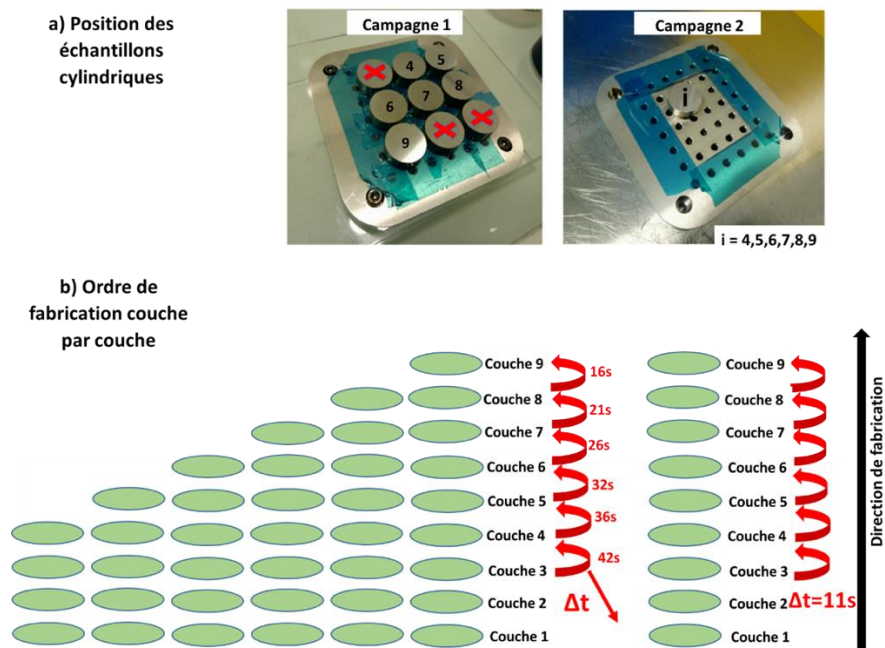


Figure III. 7 : Conditions de fabrication pour les deux campagnes de fabrication pour l'étude de la microstructure des revêtements suivant le nombre de couches, a) position de l'échantillon, b) ordre de fabrication

Dans la suite de cette étude, on se propose d'investiguer les échantillons à différents niveaux, d'abord en surface des revêtements afin de quantifier la dilution du fer et les phases cristallines présentes, ensuite en coupe afin d'identifier l'évolution des propriétés de l'interface substrat/revêtement vers la surface. En surface, les analyses EDS se font sur des surfaces d'analyse de $2 \times 2 \text{ mm}^2$ (4 fenêtres de $2 \times 2 \text{ mm}^2$), les analyses DRX sont réalisées sur une zone rectangulaire de $15 \times 15 \text{ mm}^2$.

3.2. Mise en évidence de l'influence de l'intervalle de temps entre couches

L'évolution de la teneur massique moyenne en fer en surface du revêtement en fonction du nombre de couches de celui-ci est présentée en Figure III. 8 : . Pour les deux campagnes de fabrication. L'intervalle de temps entre couches successives est rappelé sur la même figure pour la dernière couche de chaque revêtement.

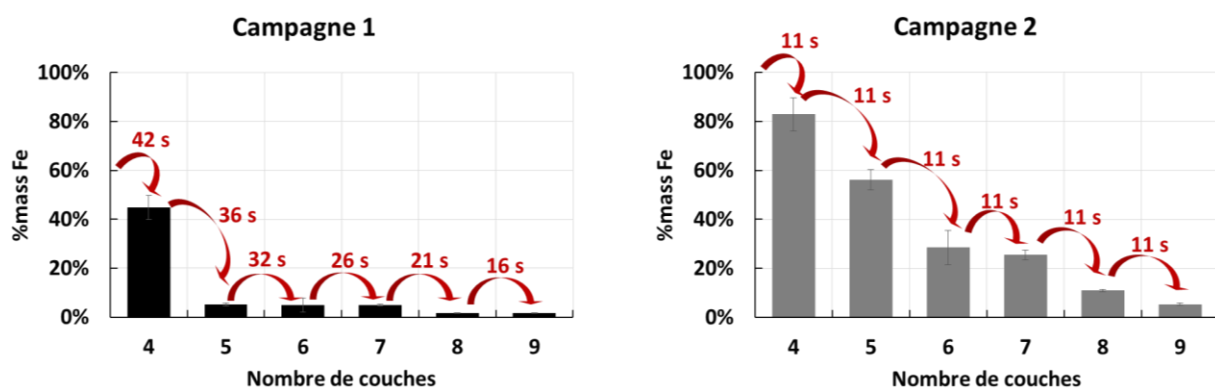


Figure III. 8 : Teneur massique en fer en surface du revêtement en fonction du nombre de couches de celui-ci pour les deux campagnes de fabrication ainsi que l'intervalle de temps entre couches successives.

La teneur massique moyenne en fer diminue en fonction du nombre de couches du revêtement quelle que soit la campagne de fabrication. Ce résultat est logique puisque la surface du revêtement s'éloigne de l'interface substrat/revêtement à chaque couche supplémentaire. La littérature indique que la température maximale et les dimensions du bain de fusion augmentent avec le nombre de couches [LIU18]. Le champ thermique devient donc de plus en plus important à chaque couche supplémentaire lasée, ce qui normalement active davantage la dilution du fer. Par contre, la quantité de poudre introduite dans chaque nouvelle couche fait qu'on obtient moins de fer et plus de cobalt dans l'épaisseur totale du revêtement. La quantité de fer diminue alors en surface du revêtement en augmentant son nombre de couches.

La teneur massique moyenne en surface du revêtement est très largement inférieure pour la campagne 1 par rapport à la campagne 2. On note un écart de 46% pour le cas 4 couches et de 68% pour le cas 9 couches entre les deux campagnes. Le facteur impactant la dilution du fer du substrat vers la surface du revêtement serait l'effet thermique lié à l'intervalle de temps Δt_l entre les couches successives. Cet intervalle de temps est toujours plus élevé pour la campagne 1 ($16s \leq \Delta t_l \leq 42s$) que pour la campagne 2 ($\Delta t_l = 11s$) pour lequel il est constant. La littérature indique que pour le procédé SLM la température maximale lors de la refusion augmente quand l'intervalle de temps est réduit [MOH20]. Comme la dilution du fer est thermiquement activée, pour un même nombre de couches du revêtement, la quantité de fer qui migre vers la surface de celle-ci est plus importante pour un intervalle de temps Δt_l réduit.

On présente dans le Tableau III. 1 : une comparaison pour le cas 4 couches concernant les teneurs en fer et phases cristallines pour les paramètres laser préconisés par SLM ($P=275W$; $V=800mm/s$). On

note globalement que plus l'intervalle de temps entre couches est réduit, plus la teneur massique de fer en surface est grande et plus la phase α' CC est présente.

Tableau III. 1 : Teneur massique en fer en surface et phases cristallines pour le cas 4 couches à différents intervalles entre couches et différentes surfaces de lasage

Diamètre (mm)	24	10	24
Intervalle entre couches (s)	42	29	11
%mass Fe en surface	44,87%	66,26%	82,82%
% massiques des phases en présence	7,42% CC (α' CC) 91,72% CFC 0,85% HC	73% CC (α' CC) 27% CFC	70% CC (α' CC) 30% CFC

3.3. Phases cristallines et microstructures

3.3.1. Phases cristallines

Nous présentons dans cette partie (Figure III. 9 :) la nature et le taux des phases cristallines (barres d'histogramme) présentes en surface des revêtements en les corrélant à la teneur moyenne massique en fer (trait plein).

A l'issue des campagnes de fabrication SLM, trois phases cristallines sont obtenues par DRX : une phase CFC métastable, une phase HC et une phase notée CC. Globalement les résultats montrent que le taux de phases cristallines en surface des revêtements est corrélé à la teneur massique en fer et à l'intervalle de temps entre couches successives.

La phase indiquée CC par DRX existe pour des teneurs massiques supérieures ou égales à 45%, elle atteint 70% pour 83% massique. La phase HC existe pour toute la campagne 1 et pour des teneurs massiques en fer entre 1,7% et 45% massique et la phase CFC métastable existe pour tous les cas de figures.

Afin d'expliquer les phases cristallines résultantes, on se réfère d'abord au diagramme de phase Co-Fe à l'équilibre thermodynamique qui indique que la phase CFC est toujours présente à haute température ($T > 984^{\circ}\text{C}$) avec une solution solide de fer dans le cobalt ou de cobalt dans le fer (Figure I. 20 du chapitre 1). La présence d'une phase CFC métastable à température ambiante est l'indice d'un refroidissement rapide.

Dans le diagramme de phase Co-Fe à l'équilibre thermodynamique, la phase ferritique CC existe à température ambiante pour $\%massFe \geq 22\%$. Si c'est effectivement la phase CC, enregistrée par DRX dans le cas de 4 couches de la campagne 1 et dans les cas 4 et 5 couches de la campagne 2, alors cette phase CC serait à l'équilibre. Si la phase indiquée CC par DRX est de la forme martensitique α' CC, le système serait hors équilibre suite au refroidissement rapide en SLM avec une transformation $CFC \rightarrow \alpha'$ CC et l'alliage se comporterait comme un acier austénitique pour ces gammes de teneurs massiques en fer excédant les 45%.

La phase HC est théoriquement la preuve d'un refroidissement suffisamment long car elle est existante à l'équilibre thermodynamique entre 0 et 22% en fer. Néanmoins, elle est relevée uniquement dans le cas de l'intervalle entre couches élevé (campagne 1 : $16s \leq \Delta t_1 \leq 42s$). Des auteurs [MOH20] expliquent que la vitesse de refroidissement devient moins importante quand l'intervalle entre couches est diminué. Ceci est dû à la température maximale qui augmente et qui fait que l'accumulation de la chaleur devient plus importante. Ce qui requiert plus de temps pour qu'elle soit dissipée. Les auteurs donnent que le temps de refroidissement augmente d'un facteur supérieur à 12 quand l'intervalle de temps entre couches diminue de 116 s à 18 s.

Dans ce travail, l'apparition de la phase HC pour un intervalle de temps entre couches élevé ($16s \leq \Delta t_i \leq 42s$), peut être expliqué par les 3 hypothèses suivantes :

- Lors du refroidissement relativement élevé, la température de transition CFC→HC (située entre 184°C et 417°C suivant la teneur en fer est atteinte plus rapidement. Par la suite, le refroidissement devient plus long dans ce palier où il y a existence de la phase HC. Contrairement à l'intervalle réduit où la température reste stabilisée à température plus élevée.
- L'autre raison serait les contraintes mécaniques engendrées à l'échelle des grains par une vitesse de refroidissement plus importante impliquant de la transformation partielle CFC→HC à l'état solide par plasticité.
- Enfin, la quantité de fer est toujours moins importante pour l'intervalle entre couches élevé ($16s \leq \Delta t_i \leq 42s$) et comme la phase HC n'est possible à l'équilibre thermodynamique qu'à des teneurs en fer inférieures à 22%, la transformation pourrait alors avoir lieu. Cependant, on ignore dans ce travail la teneur en fer exacte dans chacune des phases obtenues CFC et HC.

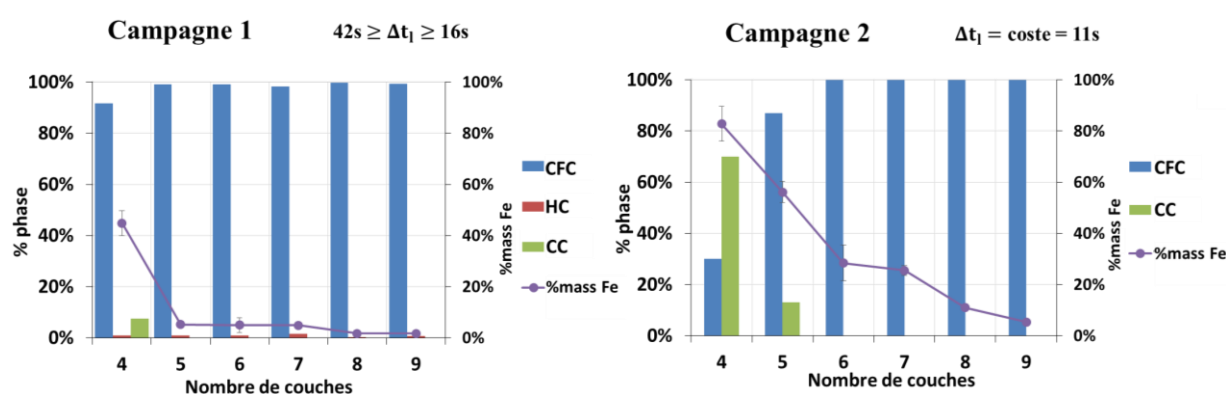


Figure III. 9 : Taux des phases cristallines au niveau de la surface du revêtement suivant la campagne de fabrication et en fonction du nombre de couches

3.3.2. Microstructure

Afin d'identifier la nature de la microstructure, on étudie le cas à 4 couches de revêtement pour les deux campagnes de fabrication. On présente en Figure III. 10 : une vue en coupe du revêtement.

La microstructure révèle deux phases qui réagissent différemment au même réactif. Après analyses EDS dans chaque phase, on montre que la composition de chaque phase est différente et ce pour les deux campagnes (confère les résultats EDS du Tableau III. 2).

La microstructure cellulaire résultante est l'indice d'un refroidissement rapide. Ce type de microstructure est récurrent pour le procédé SLM et en l'occurrence pour les alliages de cobalt [TAK13, QIA15, LIV16, KAJ16, DAR18]. Ceci corrobore l'idée que la phase CFC présente en surface du revêtement pour tous les cas de figure est métastable hors équilibre. Ce constat conforte aussi l'idée que la phase CC indiquée par DRX est plutôt attribuée à de la martensite α' .

Les analyses EDS montrent que la phase la moins attaquée est la phase la moins riche en fer, ceci confirmerait la coexistence des 2 phases CFC et α' -CC en surface du revêtement pour le cas 4 couches des deux campagnes. Par contre, il est difficile d'attribuer une microstructure à la phase CFC ou à la phase CC. Ce point sera traité plus en détails au chapitre 4 en utilisant les fonctionnalités de l'analyse EBSD.

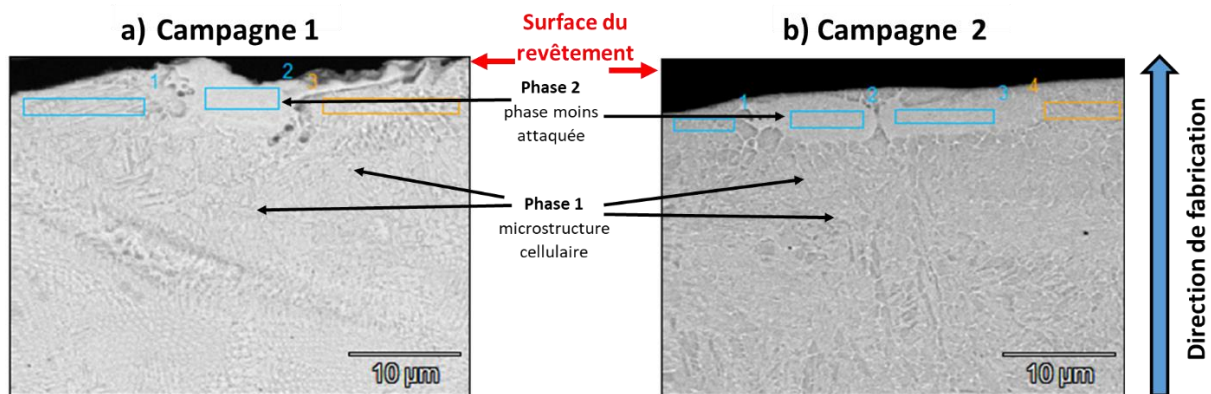


Figure III. 10 : Vue en coupe du revêtement à 4 couches pour les deux campagnes de fabrication à intervalles entre couches différents pour montrer l'existence de deux phases avec des analyses EDS en fenêtres

Tableau III. 2 : Résultats des analyses EDS des phases sur des observations en coupe des revêtements à 4 couches pour les deux campagnes de fabrication

Campagne 1				Campagne 2			
	%Fe	%Co	%Cr		%Fe	%Co	%Cr
Pt 1	55.16	27.06	12.31	Pt 1	82.94	9.02	4.45
Pt 2	8.84	58.17	26.24	Pt 2	33.67	40.73	19.61
Pt 3	64.16	22.20	10.08	Pt 3	35.40	41.10	17.92
				Pt 4	83.45	9.14	4.35

3.3.3. Évolution des teneurs en éléments dans l'épaisseur du revêtement

On s'intéresse maintenant à identifier le profil de la teneur massique de fer dans l'épaisseur du revêtement afin de connaître son évolution de la surface vers l'interface. Pour ce faire, on présente le profil EDS en coupe des trois éléments prépondérants Fe, Co et Cr uniquement pour le cas 5 couches des deux campagnes (Figure III. 11 :).

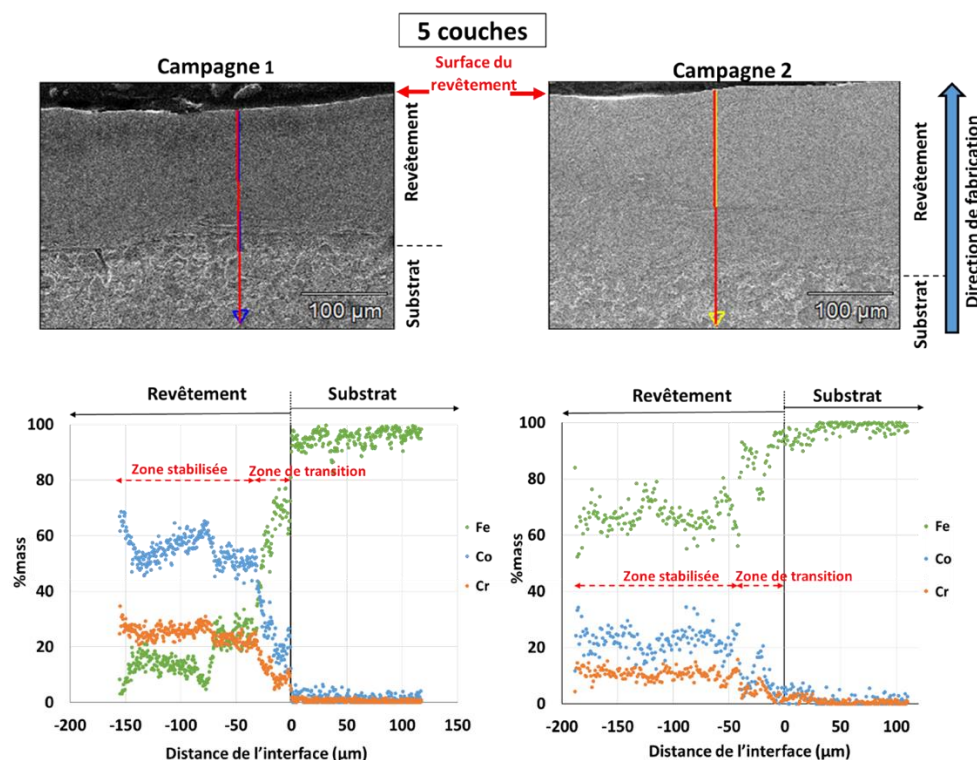


Figure III. 11 : Profils EDS des éléments Fe, Co, Cr pour le cas 5 couches des deux campagnes de fabrication

Les profils obtenus montrent que pour les deux campagnes, la teneur massique en fer évolue de manière inverse à celle du cobalt et du chrome qui sont les deux principaux éléments dans la composition de la poudre. La teneur en fer présente deux tendances différentes.

On remarque une zone dite stabilisée sur une grande partie de l'épaisseur du revêtement à partir de la surface, et une zone dite de transition près de l'interface. Chen et al [CHE19] obtiennent des profils proches du présent travail et expliquent que la chute brutale de la teneur en cobalt près de l'interface dans la zone qu'ils appellent zone de fusion est la preuve d'une bonne diffusion du fer, ce qui est bénéfique pour augmenter l'adhérence entre les deux matériaux. On explique l'évolution des profils des teneurs en éléments par le fait que le flux de matière et le flux d'atomes s'effectuent de la surface du revêtement vers l'interface dans le sens inverse du flux de chaleur [CRA79, MRO80]. Le fer migre de l'interface vers la surface entraînant automatiquement un flux dans le sens inverse pour le cobalt et le chrome.

En comparant les deux campagnes, l'épaisseur du revêtement et la quantité de fer sont plus importantes pour la campagne 2 ($\Delta t_l = 11s$). Comme la température maximale et les dimensions du bain de fusion deviennent plus importantes quand l'intervalle de temps entre couches est réduit [MOH20], cela implique une partie fusionnée du substrat plus importante et ceci s'accompagne d'un transport de matière qui devient également plus important.

Désormais, on ne va s'intéresser qu'aux profils EDS du fer qui seront présentés pour tous les revêtements des deux campagnes (Figure III. 12 :). Les mesures sont prises au centre des échantillons. On note que l'épaisseur totale du revêtement est plus importante quand l'intervalle de temps entre couches est réduit ($\Delta t_l = 11s$). De même, l'épaisseur de la zone de dilution du fer est toujours plus importante dans toute l'épaisseur du revêtement pour la campagne 2. Ces constats s'expliquent encore une fois par l'effet thermique qui impacte fortement la dilution. L'épaisseur de la zone dite de transition devient plus importante quand le nombre de couche augmente et quand l'intervalle de temps entre couches est réduit. Elle atteint 120 μm pour 9 couches-campagne 1 et elle est égale à 250 μm pour 9 couches-campagne 2.

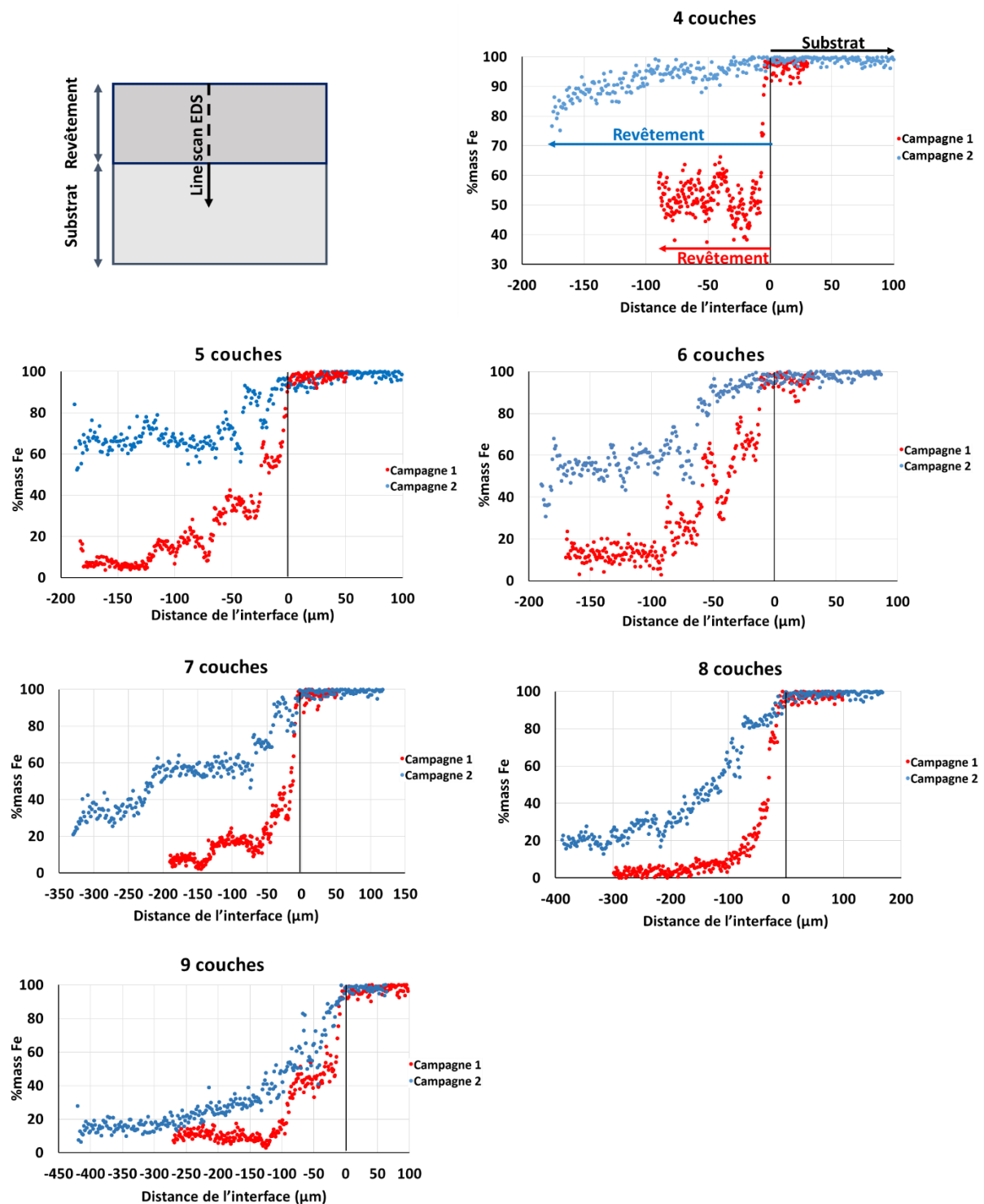


Figure III. 12 : Profils EDS en coupe du fer pour les deux campagnes de fabrication pour montrer l'effet de l'intervalle de temps entre couches

3.3.4. Épaisseur des revêtements

On a montré que l'épaisseur du revêtement est dépendante de l'intervalle de temps entre couches successives dû à un effet thermique important car elle s'avère différente entre la campagne 1 et la campagne 2 pour un même nombre de couches. On se propose ci-après d'évaluer cette épaisseur de revêtement pour tous les cas en utilisant trois méthodes différentes : par calcul théorique, par mesure sur des images obtenues par microscopie optique et par identification de l'épaisseur à partir des lignes scan EDS.

La méthode de calcul théorique repose sur un calcul à partir de l'épaisseur de poudre déposée, en connaissant la densité apparente de cette poudre. Cette méthode est bien explicitée dans [MIN16] et [WIS19]. L'épaisseur obtenue après lasage est différente de l'épaisseur déposée par le racleur à cause des porosités existantes dans la couche de poudre. Pour les premières couches, l'épaisseur obtenue après fusion est différente de l'épaisseur déposée (= 50µm dans ce travail) et on a :

$$h_l = a \cdot h_{thé.pou} \text{ (eq 3.1)}$$

- Avec :
- Avec h_l : épaisseur réelle obtenue après fusion de la couche et $a = \frac{\rho_{apparente}}{\rho_{massif}}$
 - ρ_{verte} est la densité apparente de la poudre (= 5,1 g/cm³ d'après la certification)
 - ρ_{massif} : la densité du matériau CoCrMo complètement dense (= 8,5 g/cm³ d'après [WAN18] et [DOS20])
 - $h_{thé.pou}$: épaisseur réelle déposée pour la couche n et qui évolue d'une couche à la suivante

On rapporte dans [MIN16] que l'épaisseur réelle de la couche après lasage tend vers l'épaisseur souhaitée à partir de la 7^{ème} couche.

Dans cette méthode on ne prend évidemment pas en compte le mélange entre substrat et le revêtement lors de la fusion laser.

Par microscopie optique, l'épaisseur réelle du revêtement est déterminée en identifiant la délimitation entre le substrat et le revêtement. Le substrat est bien discernable de par sa structure ferrito-perlitique, on montre sur la Figure III. 13 : -a l'exemple du cas 4 couches pour les deux campagnes. Dans cette méthode, l'épaisseur du revêtement donnée dans le Tableau III. 3 : est la moyenne de 5 mesures effectuée sur la section transverse.

A partir des lignes scan EDS, on considère que le substrat correspond à la zone pour laquelle la teneur massique en fer avoisine les 99,5%. Le revêtement renferme toute la zone pour laquelle la teneur en fer commence à chuter, (Figure III. 13 : -b). L'épaisseur réelle du revêtement est la moyenne de 3 mesures prises dans 3 régions différentes, une au centre et les deux autres aux deux extrémités de l'échantillon.

On compare dans le Tableau III. 3 : les valeurs d'épaisseurs obtenues pour les deux campagnes de fabrication à partir des trois méthodes.

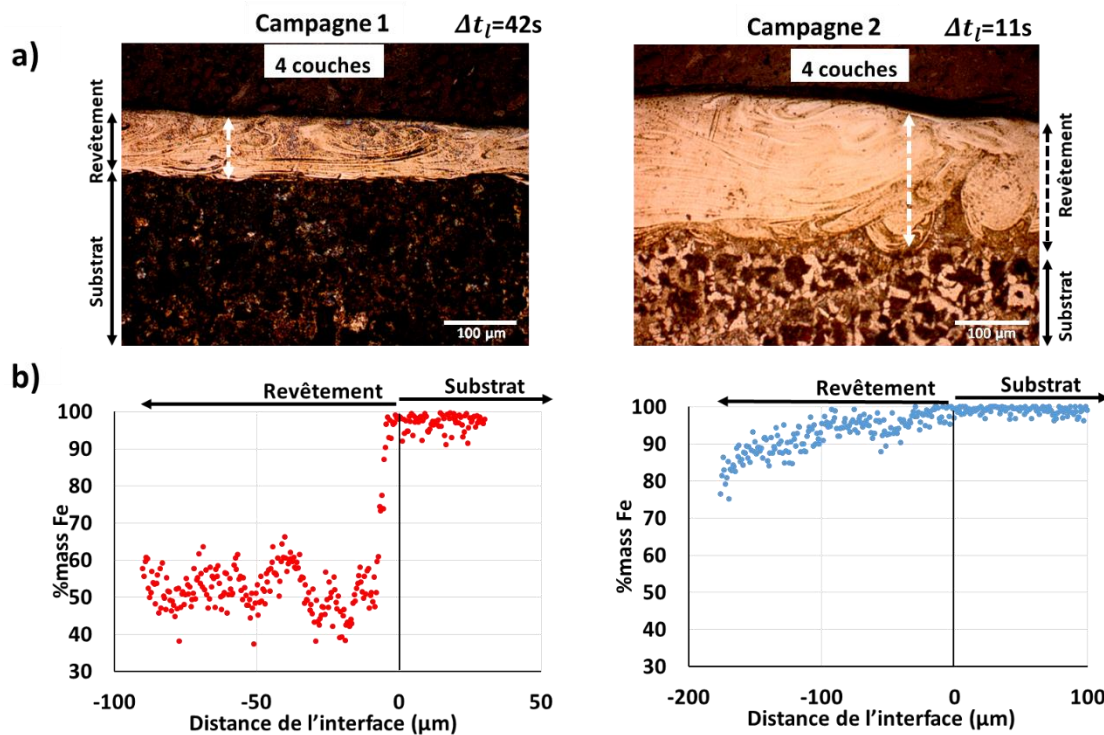


Figure III. 13 : Estimation de l'épaisseur du revêtement à 4 couches pour les deux campagnes de fabrication : a) Microscopie optique, b) lines scan EDS

Tableau III. 3 : Estimation des épaisseurs réelles des revêtements via trois méthodes : 1) Calcul théorique 2) Microscope optique 3) Teneur en fer par line scan EDS

Méthode d'estimation		4 couches	5 couches	6 couches	7 couches	8 couches	9 couches
1-Calcul théorique [MIN16, WIS19]	Épaisseur (μm)	168	217	267	317	367	417
2-Microscopie optique	Campagne 1	77 ± 8	138 ± 9	159 ± 9	182 ± 9	266 ± 12	250 ± 9
	Campagne 2	185 ± 11	238 ± 10	249 ± 14	325 ± 18	373 ± 15	410 ± 17
	Différence	108	100	90	143	107	160
3- line scan EDS	Campagne 1	80 ± 14	164 ± 14	172 ± 11	192 ± 2	290 ± 24	293 ± 21
	Campagne 2	205 ± 21	224 ± 34	230 ± 71	337 ± 17	390 ± 57	445 ± 19
	Différence	125	60	58	145	100	152

Les résultats obtenus montrent que pour les deux méthodes d'estimation EDS et microscope optique, les épaisseurs des revêtements sont concordantes. Pour un même nombre de couches, l'épaisseur est toujours plus importante pour la campagne 2 que la campagne 1. Ceci rend compte de l'effet de l'intervalle de temps entre couches.

L'épaisseur des premières couches dépend du niveau de dilution du fer, qui lui-même dépend de l'intervalle de temps entre couches. L'effet de ce dernier sur l'épaisseur totale du revêtement devient donc de moins en moins important à chaque couche supplémentaire puisque la quantité de fer dans l'épaisseur du revêtement diminue avec le nombre de couches. Pour la campagne 2 ($\Delta t_i = 11s$), les épaisseurs obtenues par microscopie optique et Line scan EDS sont très proches avec une différence maximale pour le cas 4 couches de 9,86% entre les deux méthodes. Ces épaisseurs sont proches de celles calculées par méthode de calcul dite théorique, la différence diminue en augmentant le nombre de couches. Pour 9 couches, l'erreur est seulement de 1,52% et 6,80% pour l'optique et l'EDS respectivement par rapport au calcul théorique.

On présente sur la Figure III. 14 : les vues en coupe de tous les revêtements pour comparer les épaisseurs entre la campagne 1 et la campagne 2. Les micrographies confirment les résultats obtenus dans le Tableau III. 3.

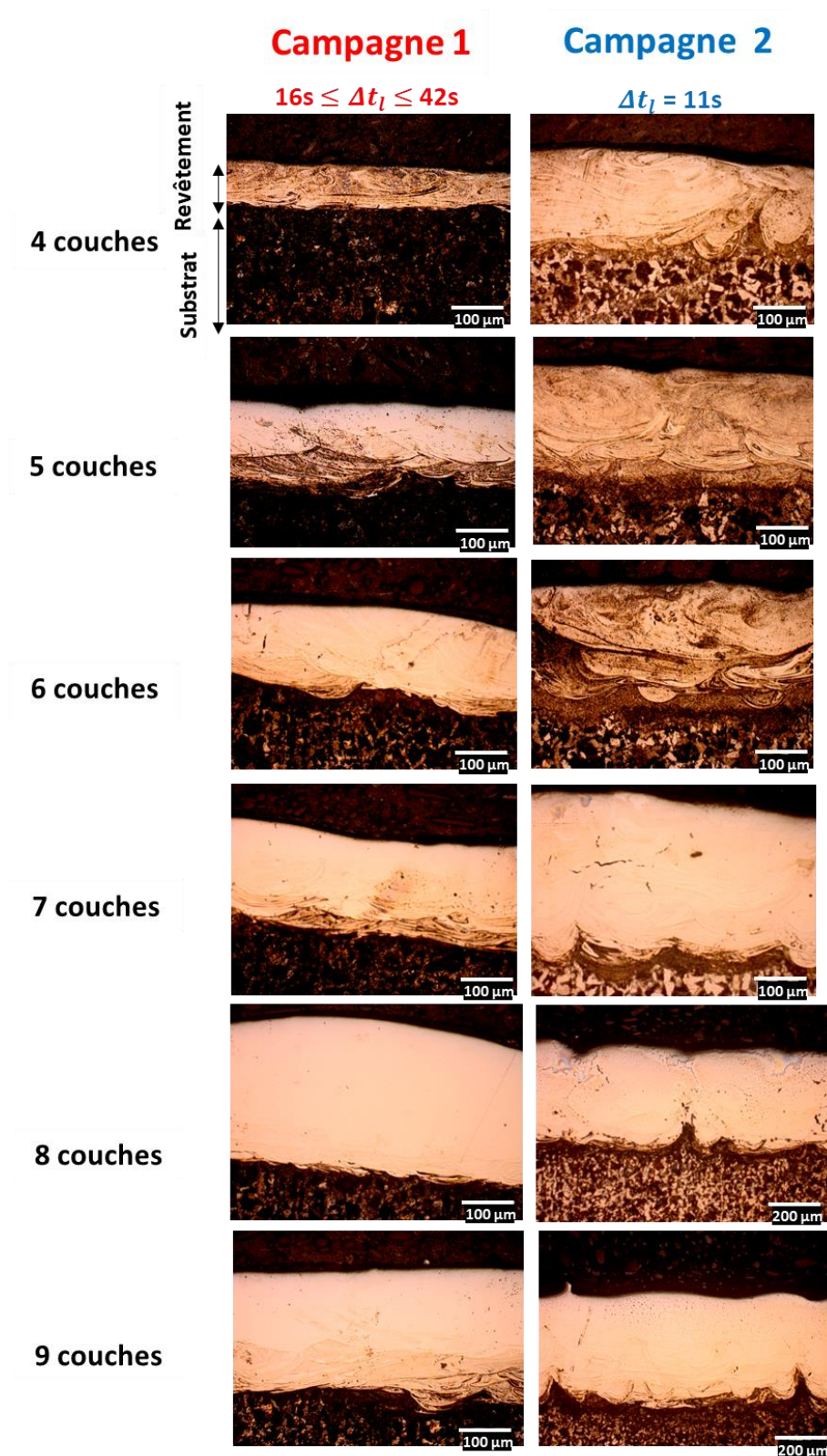


Figure III. 14 : Vue en coupe des revêtements pour comparer la campagne 1 et la campagne pour montrer l'effet de l'intervalle entre couches sur l'épaisseur réelle du revêtement

3.4. Dureté des revêtements

On va s'intéresser dans ce qui suit à la microdureté comme propriété qui renseigne sur la nature et l'évolution de la microstructure. Pour ce faire des filiations de microdureté sont réalisées de la surface des revêtements vers le substrat afin d'identifier l'évolution des propriétés dans l'épaisseur. Les duretés moyennes des revêtements sont ensuite calculées en prenant en compte toutes les empreintes hors de la ZAT et en connaissant au préalable la dureté du substrat qui est de 190 ± 20 HV. Les mesures de micro-dureté sont effectuées sous une charge de 200 grammes.

On présente sur la Figure III. 15 : a & b uniquement les revêtements à 4 couches et 9 couches des deux campagnes, pour illustrer les deux cas extrêmes : le cas biphasé en surface avec de la phase α' CC qui contient une teneur importante de fer, et le cas monophasé CFC avec la teneur massique de fer la plus faible. Pour chaque cas, les deux filiations sont superposées pour un même nombre de couche afin de pouvoir les comparer. Les filiations présentées sont prises au centre de l'échantillon. Parallèlement, les filiations de microdureté sont analysées en fonction de l'évolution de la teneur massique en fer obtenues par filiations EDS en Figure III. 15 : c & d. Les duretés moyennes présentées en Figure III. 16 sont la moyenne de trois filiations.

L'évolution de microdureté dans l'épaisseur du revêtement est dépendante de deux paramètres : l'intervalle de temps entre deux couches et le nombre de couches et par conséquent la teneur massique en fer.

Pour un faible nombre de couches (4 couches) et un intervalle de temps réduit $\Delta t_i = 11s$, (campagne 2), la dureté est sensiblement constante et élevée (631 ± 51 HV_{0,2}) sur toute l'épaisseur du revêtement sans distinction de la ZAT. Quand l'intervalle de temps $\Delta t_i > 16s$ (campagne 1), la dureté sur l'épaisseur de revêtement devient alors plus faible, de l'ordre de 337 ± 19 HV_{0,2} mais toujours plus élevée que celle du substrat de base. La dureté élevée dans l'épaisseur du revêtement à 4 couches pour un intervalle de temps entre couches réduit ($\Delta t_i = 11s$) serait due à la teneur en fer importante (83% en surface) qui, suite au refroidissement rapide, permet la création de martensite ; ceci conforte l'idée que la phase CC indiquée par DRX serait de la martensite α' -CC plutôt que de la ferrite CC. Quand la teneur en fer est de l'ordre de 45% en masse, comme pour la campagne 1, la dureté traduit la forte proportion de phase CFC au détriment de la phase martensitique. Le fer a adouci cette phase CFC résultante ce qui contribue à une valeur de dureté nettement plus faible.

Pour le cas du revêtement à 9 couches, la dureté est quasi-constante sur toute l'épaisseur du revêtement et on distingue la ZAT (dureté élevée) du revêtement. On note une sensible baisse de la dureté moyenne pour la campagne 2 car la dureté moyenne est égale à 383 ± 21 HV pour la campagne 1 et à 336 ± 44 HV pour la campagne 2.

Ainsi, non seulement on peut constater que la microdureté rend compte des phases en présence mais on peut distinguer également qu'une forte teneur en fer dans la phase CFC contribue à la diminution de sa dureté. En effet, dans le cas du revêtement à 9 couches et pour la campagne 2, la teneur en fer est supérieure à celle de la campagne 1 et la dureté est sensiblement plus faible (336 ± 44 HV face à 383 ± 21 HV). Ce résultat corrobore les travaux de [BOH15] qui montre que le fer adoucit la phase CFC du cobalt.

Pour les duretés moyennes des revêtements prises sur toute l'épaisseur, la Figure III. 16 montre que pour la campagne 1, la dureté moyenne est quasi-constante pour tous les revêtements quel que soit le nombre de couches car la phase majoritaire est essentiellement la phase CFC. Entre 5 et 9 couches, la teneur en fer est très faible (entre 1,7% et 5,3% massique en surface), ce qui expliquerait la non-variation des valeurs moyennes de dureté.

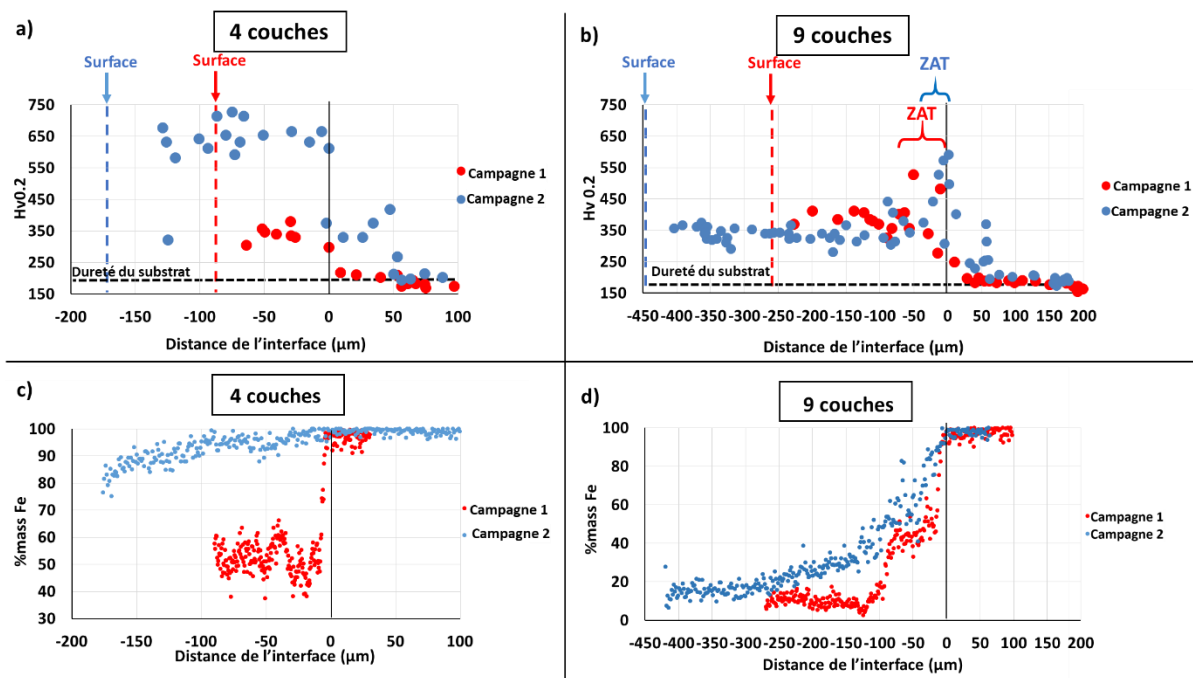


Figure III. 15 : Filiations de microdureté corrélées aux profils EDS du fer pour les cas 4 et 9 couches des deux campagnes de fabrication

On montre pour la campagne 2 que la dureté moyenne diminue avec le nombre de couches entre 4 et 7 couches. Elle ré-augmente légèrement entre 7 et 9 couches. En effet, les revêtements à 4 et 5 couches sont biphasés (CFC+ α' CC) et c'est la martensite α' qui confère au matériau la dureté élevée. La teneur en phase α' CC est moins importante à 5 couches qu'à 4 couches, ce qui explique que la dureté moyenne diminue. Au-delà de 5 couches le revêtement est monophasé CFC et comme le fer adoucit la phase CFC du cobalt, la dureté moyenne augmente car la teneur massique en fer diminue entre 7 et 9 couches.

En comparant les campagnes 1 et 2, la dureté moyenne est plus élevée pour un intervalle de temps entre couches réduit ($\Delta t_l=11s$) pour 4 et 5 couches du fait de la présence de la martensite α' CC. C'est le cas inverse à partir de 6 couches quand le revêtement reste monophasé CFC car la quantité de fer, qui a tendance à adoucir cette phase, est toujours plus importante pour les échantillons à intervalle de temps entre couches réduit (campagne 2).

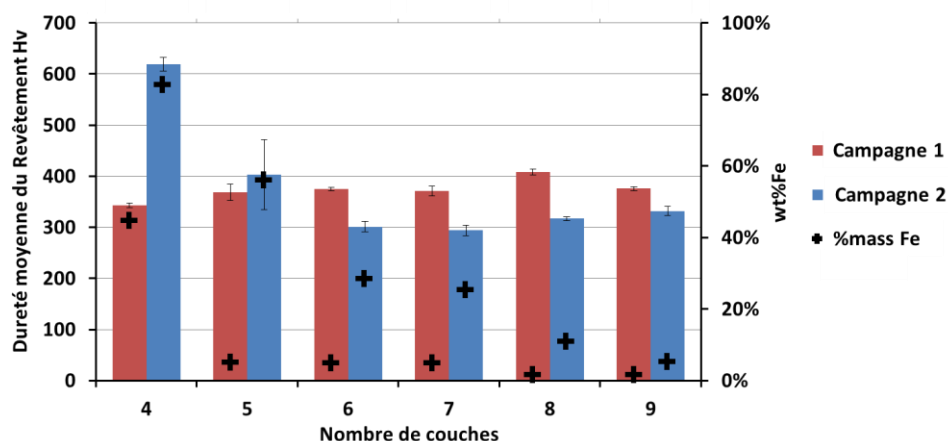


Figure III. 16 : Évolution de la dureté moyenne du revêtement hors de la ZAT prise sur toute l'épaisseur en fonction du nombre de couches du revêtement.

La Figure III. 17 montre l'évolution de la dureté moyenne des revêtements en fonction de la teneur massique en fer en surface du revêtement pour les deux campagnes. Pour de faibles teneurs massiques en fer, la dureté est équivalente à celle de la phase CFC du cobalt. A noter que la dureté du revêtement en alliage à base de cobalt sans dilution de fer est d'environ 409 ± 31 HV_{0,2}. Pour des teneurs en fer comprise entre 5 et 35% massique, la dureté diminue car la dilution de fer dans la phase CFC du cobalt adoucit celle-ci. Pour les hautes teneurs massiques, la dureté augmente car la présence de fer induit une phase cristalline de type martensite α' CC qui explique les duretés élevées.

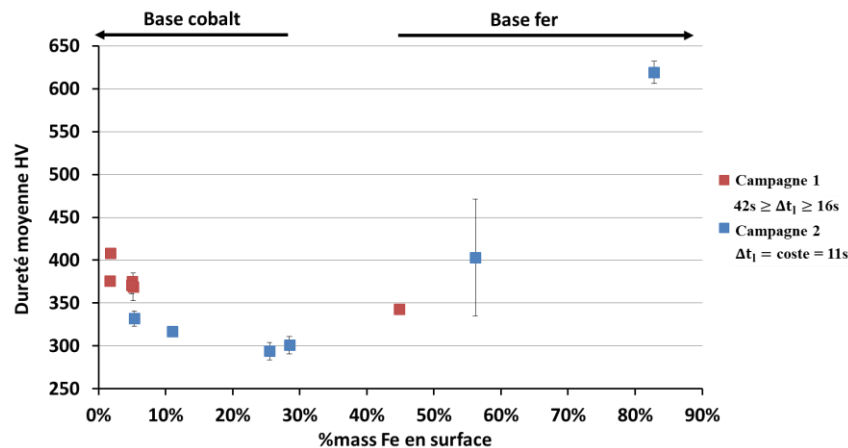


Figure III. 17 : Evolution de la dureté moyenne du revêtement en fonction de la teneur moyenne massique en fer en surface des revêtements en compilant les deux campagnes de fabrication.

4. Conclusions

Le travail présenté dans ce chapitre met en évidence l'importance de l'intervalle de temps entre couches sur la microstructure des revêtements. L'intervalle de temps entre couches influe sur la température maximale lors de la fusion ce qui donne lieu à une teneur en fer dilué plus ou moins importante en surface des revêtements, indépendamment du nombre de couches.

Si l'intervalle de temps entre couches influe sur la teneur massique en fer dans l'épaisseur du revêtement, la teneur en fer dans le revêtement implique des structures cristallines différentes qui impactent niveau de dureté

Ainsi l'étude de la microstructure a permis d'identifier les propriétés du revêtement élaboré par SLM à partir de la poudre CoCrMo sur un substrat en acier C35 avant tout essai mécanique. Nous retrouverons dans les essais mécaniques du chapitre 4, l'impact de la teneur en fer et des microstructures associées sur le comportement tribologique et en fatigue.

CHAPITRE 4 : RESULTATS DES ESSAIS TRIBOLOGIQUES, DES ESSAIS DE FATIGUE & ANALYSES MICROSTRUCTURALES

Dans ce chapitre, nous présentons l'ensemble des résultats obtenus lors des différents essais dont les procédures ont été décrites dans le chapitre 2 de ce mémoire : essais de tribologie et essais de fatigue en flexion quatre points, mais également les images fournies par analyses EDS et EBSD réalisées dans les zones affectées par les essais.

Ces résultats font l'objet de commentaires individuels et l'analyse croisée et approfondie de l'ensemble a volontairement été reportée au chapitre suivant. La littérature est riche d'études relatives à l'influence de la teneur massique en fer des alliages base cobalt sur telle ou tel propriété ou comportement et nombre de graphes sont représentés avec pour variable cette teneur en fer.

Aussi, pour rester dans cette façon de faire et faciliter le recours aux références bibliographiques, nous avons opté pour une représentation de certains résultats en fonction de cette teneur massique en fer dans l'alliage lorsque cela a été possible. Ces représentations viennent en complément des représentations traditionnelles relatives au type de mesure ou d'essai réalisé.

Les essais ont couvert deux types de chargement : tribologique et de fatigue ; nous commencerons par les essais en tribologie. Nous avons donc mené les essais de tribologie à charge normale et vitesse de glissement identiques pour tous les essais sur des disques tribologiques à différents nombres de couches. Pour les essais de fatigue, les variables sont également le nombre de couches mais aussi le niveau de charge appliquée afin d'obtenir les courbes de Wöhler dans la configuration $\sigma_{max}-N_R$.

Pour les deux cas de chargement, nous commençons par présenter les caractéristiques des couches réalisées sur les échantillons destinés aux essais : composition chimique (teneur massique en fer) et microstructurale - dureté. Nous rappelons les conditions d'essai puis nous présentons les résultats de ces essais. Puis pour ces derniers, nous avons opté pour une description allant du macroscopique au microscopique en transcrivant dans un premier temps les résultats bruts d'essai comme le taux d'enlèvement de matière pour la tribologie ou la durée de vie pour la fatigue, puis en deuxième temps, les résultats des différentes analyses faites en microscopie au voisinage des surfaces et volumes impactés par ces chargements.

PARTIE 1 : RESULTATS DES ESSAIS TRIBOLOGIQUES

1. Tribologie des revêtements à différents nombres de couches

Le comportement tribologique du revêtement base cobalt dépend de la teneur en fer dans la zone sollicitée du revêtement. La teneur en fer impacte la structure cristalline - taux des phases- (chapitre 3 – section 3.2), le changement de phases après sollicitation [CAB15, HOU17, CAB19] et également le taux d'écrouissage. Ces deux dernières propriétés reflètent l'évolution de la dureté et indirectement la plasticité sous sollicitations mécaniques [FOU09] [KAS08].

La partie « résultats tribologiques » se divise en deux volets. Dans le premier volet, nous présentons l'étude expérimentale du comportement tribologique des revêtements à différents nombres de couches afin d'étudier l'évolution des propriétés tels que la nature des phases, le taux des phases, l'écrouissage pour une teneur massique en fer donnée. Ces propriétés seront associées aux volumes d'usure et à l'évolution du coefficient de frottement.

Dans le deuxième volet, nous analysons les résultats d'essais tribologiques interrompus. Ces résultats concerneront un seul essai à un nombre de couches défini – 8 couches- afin de suivre l'évolution du taux des phases dans la zone sollicitée en fonction de la teneur en fer au fur et à mesure de l'usure du revêtement. Dans ce cas, la variation dimensionnelle de la surface du revêtement vers le substrat s'accompagne de plusieurs facteurs concomitants à savoir : évolution de l'état microstructural incluant la composition chimique, évolution des taux de phases auquel peut s'ajouter le changement de phase au fur et à mesure de la sollicitation.

Dans les résultats qui suivent, nous avons constaté sur les revêtements des disques de tribologie une hétérogénéité de composition chimique sur un même rayon d'usure. Ceci peut être dû à un défaut de planéité sur le disque additionné à celui du racleur qui impactent la quantité de poudre mise en jeu dans la première couche lors de l'élaboration des revêtements (section 2 du chapitre 2).

Autre point à signaler, les fabrications des disques ont été réalisées sur deux campagnes différentes décalées de plusieurs mois. Il a été constaté que la teneur massique en fer dans le revêtement évoluait beaucoup selon la campagne de fabrication pour un même nombre de couches et pour les mêmes conditions apparentes de réalisation. Après échanges avec les techniciens de la plateforme SLM, le seul point différenciant entre ces deux campagnes était une action de maintenance effectuée par le constructeur sur la machine SLM. Les variations observées pourraient être dues à un paramètre modifié sur la machine SLM entre les 2 campagnes et qui serait le flux d'éjection d'Argon exprimé en puissance (6,32 pour la 1ère fabrication face à 4,14 pour la 2ème).

Même si la reproductibilité des revêtements n'a pas pu être assurée, notre objectif étant de comprendre l'influence de la teneur en fer sur le comportement à la déformation plastique d'alliage de type base cobalt, nous utiliserons les résultats des deux fabrications pour consolider nos résultats. Dans un premier temps, nous allons présenter les résultats dans ce qui suit par campagne de fabrication et on parlera de 1^{er} lot de fabrication et de 2^{ème} lot de fabrication.

Pour rappel, nous avons mené les essais de tribologie sur le tribomètre CSM Instruments (chapitre 2 – section 3.2.6.1). Nous avons utilisé les mêmes paramètres d’essais quand nous avons étudié le comportement tribologique en fonction du nombre de couches de revêtement ou autrement dit en fonction de la teneur massique de fer. Les paramètres retenus sont consignés dans le Tableau IV. 1. Pour la série d’essais dits interrompus, nous avons fait varier la distance de glissement.

Tableau IV. 1 : Paramètres d'essais de frottement utilisés pour toute la campagne de tribologie à différents nombres de couches

Charge normale	Rayon de la trace	Vitesse de glissement	Vitesse	Distance de glissement		Antagoniste
				m	Nombre de cycles	
N	mm	mm/s	trs/mn			
30	14,2	371,8	250	1865	20897	Bille en Al_2O_3 de diamètre 6

1.1. Teneur massique moyenne en fer en surface des revêtements avant essais tribologiques

Sur chaque revêtement, nous avons donc effectué des analyses EDS sur 4 zones différentes et des mesures DRX sur 2 zones diamétralement opposées (Figure IV. 1). Les évolutions de teneurs massiques en fer présentées dans cette section sont la moyenne des fenêtres 1 et 1’ que nous appellerons Zone 1 et des fenêtres 2 et 2’ que nous appellerons Zone 2. Pour les analyses DRX, les zones d’analyses sont 1 et 2 uniquement comme indiquées en Figure IV. 1.

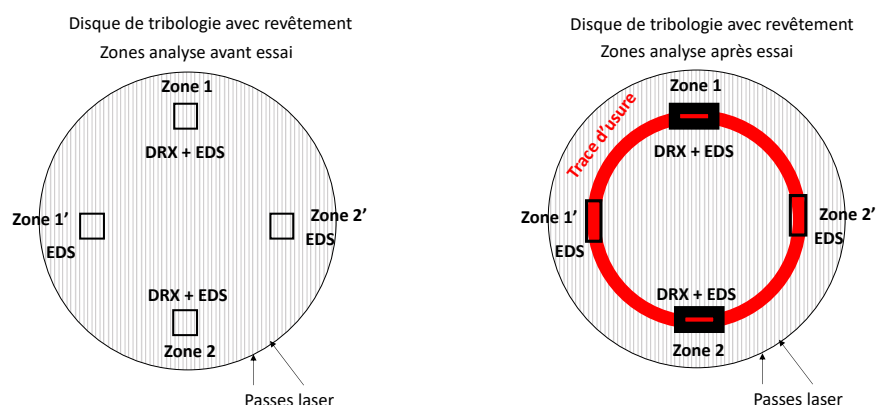


Figure IV. 1 : Localisation des zones d'analyse EDS et DRX sur le revêtement avant et après essai tribologique

La Figure IV. 2 illustre l’évolution de la teneur massique en fer (mesurée par EDS) en surface des revêtements en fonction du nombre de couches du revêtement, hors de la trace d’usure. Il a été convenu que la zone 1 est celle à plus forte teneur en fer sur tous les disques.

Pour le premier lot de fabrication, nous constatons clairement que la teneur massique en fer en surface diminue avec le nombre de couches du revêtement excepté deux cas aberrants qui sont le cas 7 couches pour le premier lot de fabrication et le cas 6 couches du deuxième lot de fabrication. Ces deux cas s’écartent nettement de la tendance générale observable et c’est peut-être dû aux problèmes liés à la première couche durant le procédé SLM concernant la quantité de poudre entraînée par l’utilisateur. La différence de microstructure entre les deux lots pourrait s’expliquer (mais cela reste à l’état d’hypothèse) par le fait que nous avons utilisé de la poudre recyclée pour réaliser des

échantillons du deuxième lot de fabrication mais nous n'avons pas pu identifier – à ce jour- la source de cet écart.

Dans la suite du texte, nous parlerons donc préférentiellement de teneurs massiques de fer en surface que de nombre de couches pour exprimer les différents résultats.

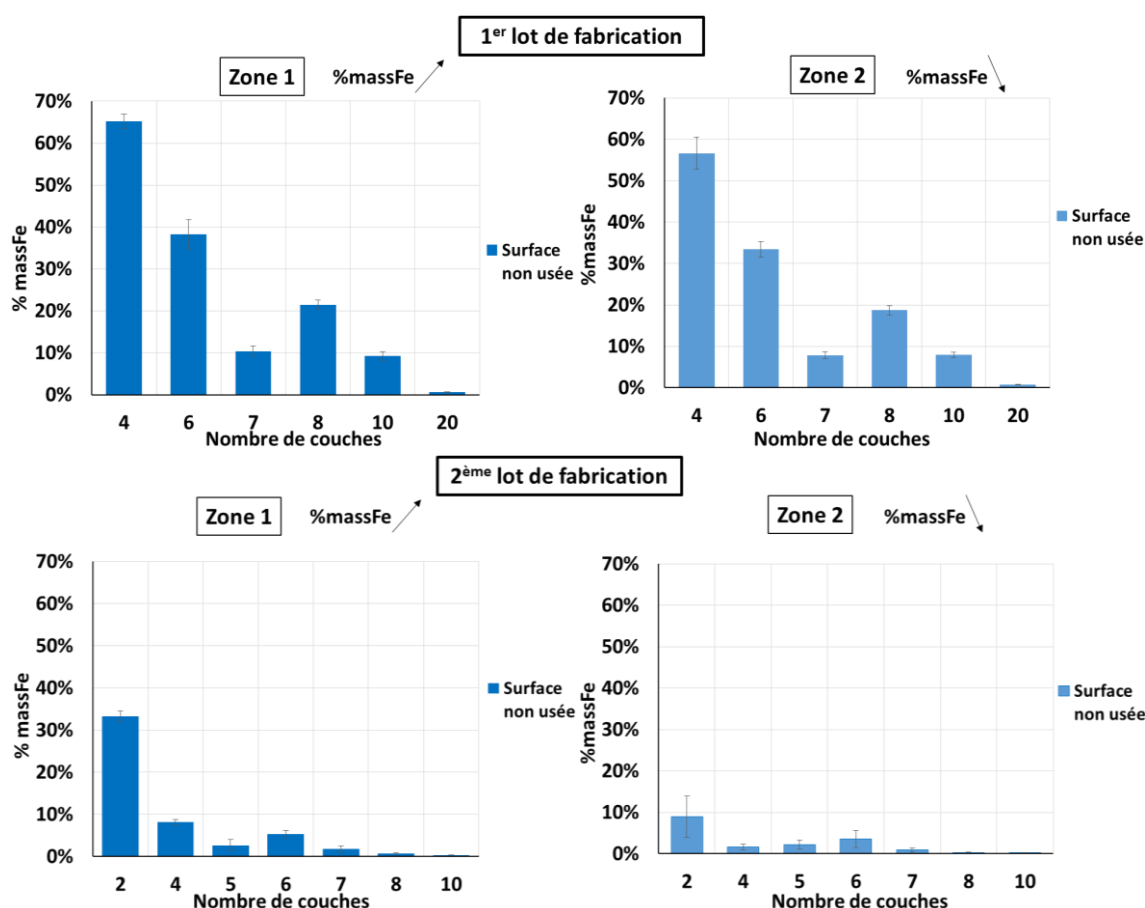


Figure IV. 2 : Teneur massique en fer en surface du revêtement suivant le nombre de couches du revêtement pour les 2 zones 1 et 2 pour les 2 lots de fabrications SLM

1.2. Phases cristallines en surface des revêtements avant essais tribologiques

Nous présentons à présent les phases cristallines (natures et pourcentages) identifiées en surface des revêtements avant essai tribologique. Sur la Figure IV. 3 sont données les valeurs exprimées en fonction de la teneur massique de fer en surface en compilant les résultats des différentes zones pour les deux lots de fabrication. Quelle que soit la teneur massique moyenne en fer, on note la présence d'une phase CFC métastable.

Nous observons la présence d'une phase HC en très faible quantité (<3%) pour des teneurs en fer inférieures à 32% massique. Ceci est le résultat d'un temps de refroidissement « relativement bas » et une teneur en fer faible (chapitre 3, section 3.2).

La phase α' -CC n'apparaît que pour des teneurs en fer supérieure à 33% massique (en l'occurrence 33,43%). Seuls les revêtements à faible nombre de couches (inférieur à 6) sont concernés par la présence de cette phase. La quantité de phase α' -CC passe de 40% à 60% pour des teneurs en fer

comprises entre 55 et 65% et atteint 83% pour une teneur en fer égale à 76%. Dans la suite du texte, on notera α' -CC, la phase Cubique Centrée du fer, identifiée en DRX mais dont la dureté avoisine les 700HV. De fortes teneurs massiques en fer et un refroidissement rapide conduisent à la formation de martensite.

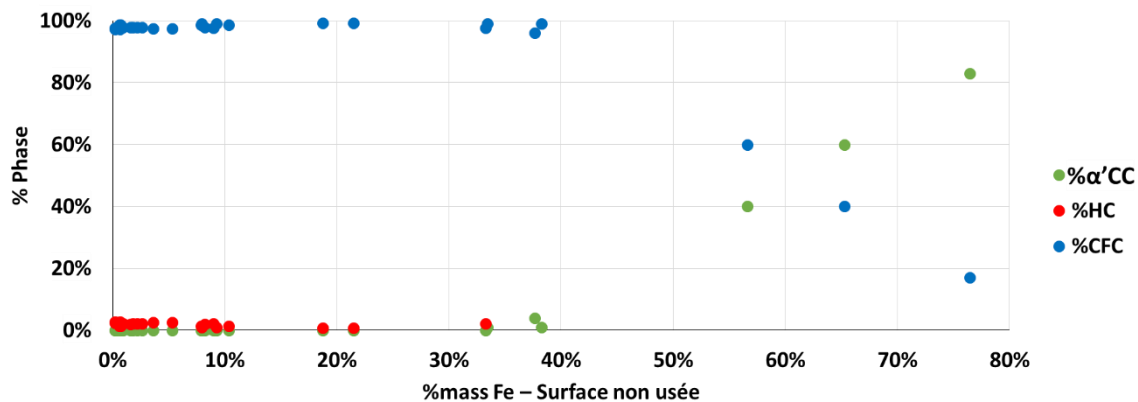


Figure IV. 3 : Corrélation entre le pourcentage de phases et la teneur en fer surfacique, pour tous les disques de tribologie, les deux fabrications et pour toutes les zones analysées

1.3. Teneurs massiques en fer et phases cristallines dans les zones de frottement

1.3.1. Teneur massique moyenne en fer dans les traces d'usure

Après essai tribologique, la teneur en fer est plus importante dans la trace d'usure que hors trace d'usure (Figure IV. 4). Ce résultat, très marqué pour le 1^{er} lot de fabrication, est logique puisque dans l'épaisseur du revêtement, on accède à un niveau plus proche de la source de dilution du fer qui est l'interface substrat/revêtement.

Globalement la variation de la teneur massique en fer en fonction du nombre de couches de revêtement est la même après essai tribologique que celle identifiée avant essai. La teneur en fer dans la zone usée dépendra de la profondeur d'usure qui peut changer d'un revêtement à un autre en fonction du comportement tribologique de chaque revêtement, ce qui sera abordé dans la section suivante.

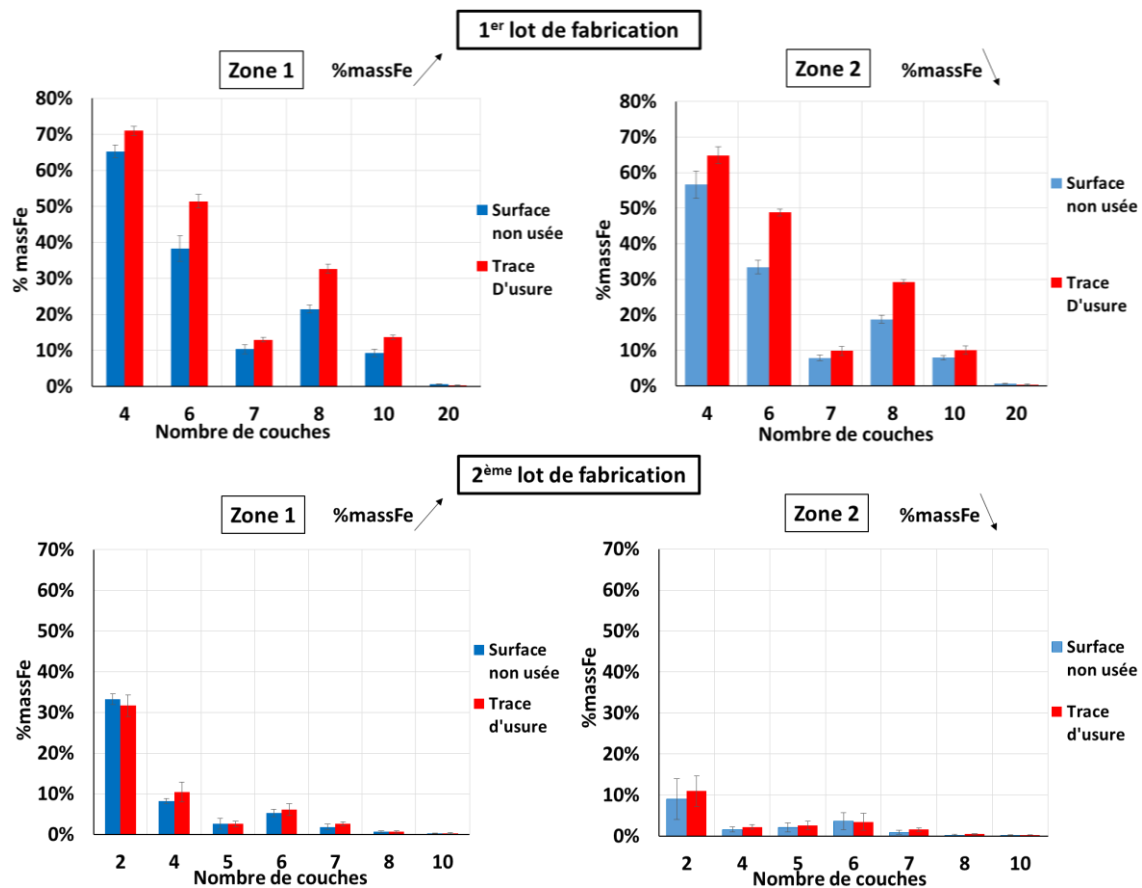


Figure IV. 4 : Évolution de la teneur massique en Fer en surface du revêtement suivant le nombre de couches du revêtement pour les 2 zones 1 et 2 pour les 2 fabrications SLM

1.3.2. Phases cristallines dans les traces d'usure

D'après la compilation des résultats montrée en Figure IV. 5, on observe que pour un état initial composé essentiellement d'une phase CFC métastable avec quelques pourcents de phase HC, la seule phase résultante après essai tribologique est la phase HC. La nature de la phase cristalline pour des teneurs massiques en fer inférieures à 33% en surface de la trace d'usure (en l'occurrence 32,65%) est entièrement HC. La transformation de phase CFC → HC est connue pour les alliages base cobalt sous sollicitation tribologique (chapitre 1 – section 4.2.4) [CAB15, HOU17].

Quand la teneur massique en fer dans la trace d'usure est comprise entre 48,8% et 52% massique, on observe la présence d'une phase cristalline CFC et l'on voit apparaître la phase cristalline α' -CC. La quantité de phase cristalline CFC étant légèrement supérieure à la phase α' -CC qui est de l'ordre de 40%.

Enfin, pour une teneur en fer supérieure à 65% massique, on observe exclusivement dans la trace d'usure la présence d'une phase cristalline α' -CC.

Dans ce cas, nous nous retrouvons devant la problématique d'identifier si la totalité de phase α' -CC détectée par DRX dans la trace d'usure était initialement présente ou si elle est totalement ou partiellement induite par plasticité. En effet, la transformation de phase CFC métastable → α' -CC pourrait se produire pour des teneurs massiques en fer supérieures ou égales à 65% massique en fer. La littérature fait mention du type de transformation de la phase CFC en phases martensitiques α' -CC ou ε -HC sous sollicitations tribologiques dans le cas des aciers austénitiques [LEE-Y19]

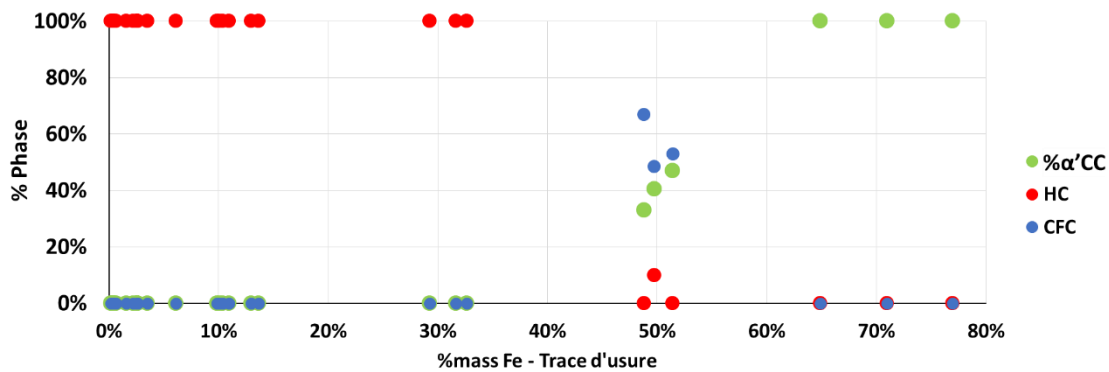


Figure IV. 5 : Pourcentage de phases cristallines en fonction des teneurs massiques en fer en surface de la zone d'usure

1.3.3. Taux de transformation sous sollicitations tribologiques

Dans ce paragraphe, nous souhaitons quantifier le taux de transformation de la phase CFC métastable obtenu sous sollicitations tribologiques.

Pour la première transformation, CFC métastable → HC, nous considérons que la quantité de phase HC identifiée après frottement est entièrement due à la transformation CFC métastable → HC.

Pour le deuxième type de transformation, CFC métastable → α'-CC, nous posons l'hypothèse forte - dans une première approche - que la quantité supplémentaire de phase α'-CC mesurée par DRX dans la trace d'usure proviendrait exclusivement de la transformation de phase CFC métastable → α'-CC induite par plasticité.

On aura donc pour le taux de transformation de phase CFC en relative les relations suivantes :

$$\%(CFC \rightarrow HC) = \frac{(HC_f - HC_i)}{CFC_i}$$

$$\%(CFC \rightarrow \alpha'CC) = \frac{(\alpha'CC_f - \alpha'CC_i)}{CFC_i}$$

avec :

$HC_i, \alpha'CC_i, CFC_i$: Quantités de phases (en %) HC, α'-CC, CFC mesurées en surface des revêtements avant essais tribologiques ;

$HC_f, \alpha'CC_f, CFC_f$: Quantités de phases HC, α'-CC, CFC mesurées en surface des revêtements respectivement après usure ;

Nous présentons sur la Figure IV. 6 l'évolution des taux de transformation des phases CFC → HC et CFC → α'-CC en fonction de la teneur en fer dans la trace d'usure. Chacune des 2 courbes est tracée depuis 28 points (14 essais × 2 zones).

En tenant compte des hypothèses que nous avons émises précédemment, nous pouvons constater que :

- La transformation de phase CFC → HC sous sollicitation tribologique serait totale pour des teneurs massiques en fer inférieures à 33%. Elle est absente pour des teneurs en fer supérieures à 51%. Entre ces deux teneurs, elle peut être partielle (10% pour 49,73% massique en fer).
- Nous posons l'hypothèse forte que la transformation de phase CFC → α'-CC sous sollicitations tribologiques est envisageable dans notre cas. Elle serait totale pour des teneurs massiques en

fer supérieures ou égales à 65%. Elle est absente pour des teneurs en fer inférieures ou égales à 33%. Entre ces deux teneurs, elle est partielle (32% et 46% pour respectivement %Fe=48,80% et 51,42%).

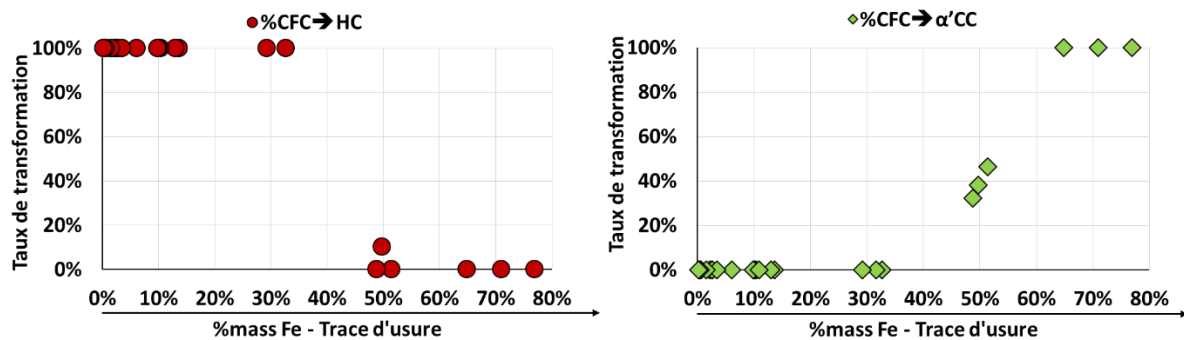


Figure IV. 6 : Taux de transformation de phases CFC → HC et CFC → α'CC sous sollicitation tribologique en fonction des teneurs massiques en fer en surface de la trace d'usure

Il y a à prendre en considération, suivant les teneurs en fer et en cobalt dans la trace d'usure, si l'alliage formé est base fer et présenterait alors une similitude de microstructure CFC avec des aciers inoxydables Cubiques Faces Centrées 316L et 304L, pour lesquels il est possible d'engendrer la transformation de phase CFC → α'-CC par plasticité, ou base cobalt pour lequel la phase CFC est plus susceptible à basculer vers de la phase HC par cisaillement sous sollicitations tribologiques.

1.4. Coefficient de frottement et volume d'usure

Nous avons évalué le comportement tribologique par les deux paramètres qui sont le coefficient de frottement moyenné sur toute la durée de l'essai et le volume usé qui est la valeur moyenne calculée à partir de 4 zones réparties d'une manière équidistante sur la circonférence de la trace d'usure. La valeur moyenne et l'écart type du coefficient de frottement sont directement calculés par le logiciel Tribometer (Instrument X). Nous rappelons que pour tous les essais tribologiques, nous avons gardé la charge, la vitesse de glissement, la durée de l'essai et le rayon de la trace d'usure constants.

Pour rappel, nous avons calculé la valeur du volume usé par l'analyse d'une portion de surface usée dans chacune des 4 zones définies via l'Altisurf suivi d'un traitement par le logiciel Altimap. La surface d'analyse fait $(5 \times 3) \text{ mm}^2$ pour chaque zone afin d'extraire un profil moyen qui donne une profondeur d'usure et une surface moyenne d'usure S qu'on intègre sur toute la révolution de la trace d'usure de rayon R afin d'obtenir le volume ($V = S \times 2\pi \times R$).

L'effet de la teneur en fer dans le revêtement sur la valeur du coefficient et sur le volume d'usure sera étudié pour une structure cristallographique donnée.

1.4.1. Coefficient de frottement

Nous rapportons sur la courbe de la Figure IV. 7 les valeurs du coefficient de frottement en fonction de la teneur en fer dans la trace d'usure pour l'ensemble des fabrications. Dans l'expression de ces résultats, les teneurs en fer sont les valeurs moyennes de toutes les zones analysées et non les valeurs spécifiques à chaque zone.

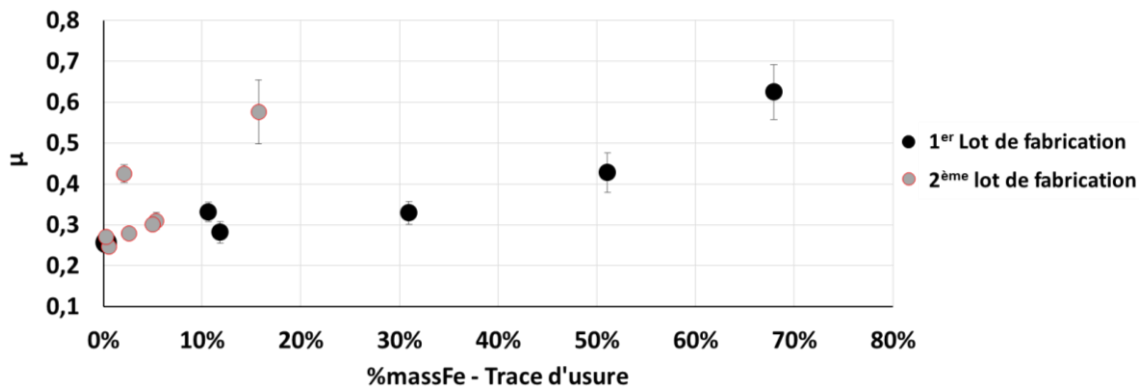


Figure IV. 7 : Évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la teneur en fer dans la trace d'usure pour l'ensemble des fabrications

La valeur moyenne du coefficient de frottement en fonction de la teneur massique en fer dans la trace d'usure est quasiment constante (de l'ordre de 0,3) entre 0% et 32% massique en fer. Au-delà, elle augmente de manière significative pour atteindre une valeur supérieure à 0,6 pour 68% en masse de fer. Les enregistrements (courbes de coefficient de frottement en fonction de la distance de glissement) qui ont permis d'établir ce graphe sont données en annexe G. Ceci pour les deux lots de fabrication et sur lesquelles nous avons appliqué une moyenne mobile sur 200 points.

Cette variation peut être associée à la présence des différentes phases dans la trace d'usure. Pour des teneurs en fer inférieures à 32% massique, la transformation $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$ sous sollicitation tribologique est totale. Il est reconnu dans la littérature que la phase HC présente une résistance au glissement moins importante que la phase CFC. En effet, il a été démontré sur le frottement de monocristaux que le coefficient d'adhésion (et donc la force de résistance au mouvement) augmente quand le nombre de systèmes de glissement augmente. Ainsi, le coefficient d'adhésion est moins important pour un monocristal HC que CFC et CC.

Pour des teneurs en fer supérieures à 32% massique, il y a présence de phases CFC et α' -CC. La valeur moyenne du coefficient de frottement augmente alors en fonction de la teneur en fer car le contact devient de plus en plus de type acier sur acier en conditions de frottement à sec, d'où la valeur de l'ordre de 0,6. En effet, on observe un transfert métallique sur la bille en Al_2O_3 qui traduit la nature du contact.

1.4.2. Volume d'usure

La Figure IV. 8 compile l'évolution du volume d'usure des disques revêtus en fonction de la teneur massique en fer dans la trace d'usure. On ne différencie pas les résultats en fonction des zones 1 et 2 et les deux lots de fabrication. Les valeurs de la teneur en fer ou du volume d'usure sont des valeurs moyennées sur l'ensemble des 4 zones de mesure.

La Figure IV. 8 montre deux populations de valeurs en fonction de la teneur en fer. Pour des teneurs en fer inférieures à 10% massique, le volume d'usure est inférieur à 3 mm^3 et est quasi-constant. Le volume d'usure augmente pour des valeurs supérieures à 10% et se stabilise à 10 mm^3 pour des valeurs supérieures à 50% en masse de fer. Cette variation peut être associée à la présence des différentes phases dans la trace d'usure mais également aux duretés des différentes phases selon la teneur des éléments fer et cobalt dans chacune d'elles (confère résultats chapitre 3 section 3.3).

Pour des teneurs en fer inférieures à 10% massique, la transformation CFC→HC sous sollicitation tribologique est totale et générerait un faible coefficient de frottement associé à un faible volume d'usure.

Entre 10 et 32% massique en fer, il y a perte de la résistance à l'usure quand la dilution de fer augmente dans l'alliage base cobalt. Nous avons toujours transformation quasi-totale CFC→HC mais la dureté de la phase CFC était initialement plus faible.

A partir de 32% en masse de fer, nous avons la présence de la phase α' -CC avant usure et celle-ci est très dure, le caractère fragile de cette phase pourrait être la cause de la mauvaise résistance à l'usure dans la région 3 qui commence vers 32% massique en fer et présente une tendance qui tend vers une asymptote.

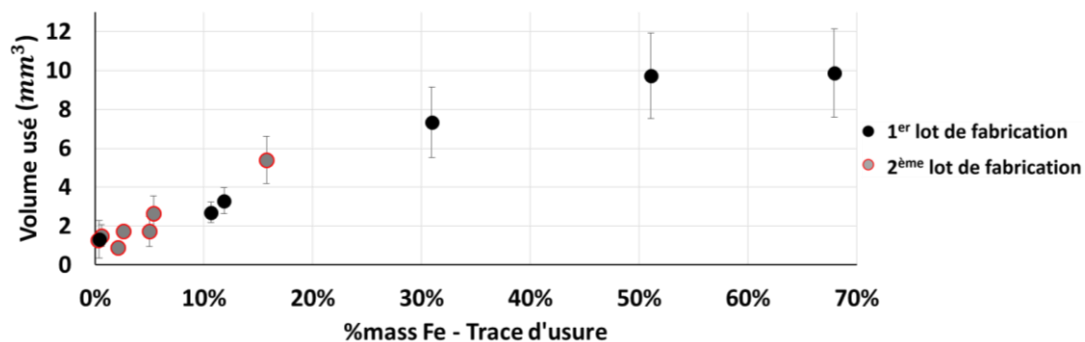


Figure IV. 8 : Évolution du volume d'usure en fonction du nombre de couches du revêtement en fonction de la teneur en fer dans la trace d'usure pour l'ensemble des fabrications

Nous présentons en Figure IV. 9 l'évolution de la largeur de la trace d'usure en valeur moyenne en fonction des teneurs massiques en fer dans la trace d'usure. En considérant tous les essais, c'est la largeur de la trace d'usure et non la profondeur d'usure qui évolue d'une manière plus significative en fonction de la teneur en fer. Quel que soit l'essai la profondeur d'usure est quasi constante et de l'ordre de 50 μ m pour des teneurs massiques en fer supérieures à 20%.

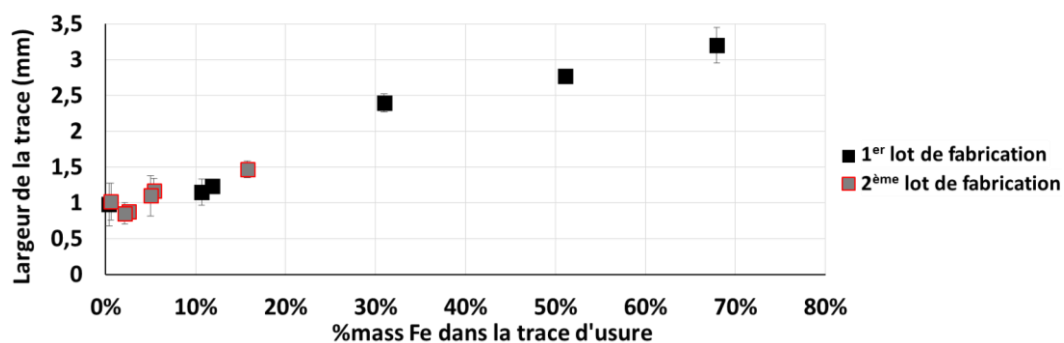


Figure IV. 9 : Évolution de la largeur de la trace d'usure en fonction de la teneur massique en fer qu'elle contient en surface

La remarque globale que nous apportons est que plus la teneur en fer est importante en surface de la trace d'usure plus le volume d'usure est important (pour les deux lots de fabrication).

1.5. Évolution de l'écaillage des zones endommagées sous sollicitations en frottement

Le frottement dynamique entraîne l'endommagement de la surface du revêtement induit par la plasticité locale. Si la plasticité peut être évaluée par la transformation de phase, elle peut aussi être

évaluée par le niveau d'écrouissage qui est le résultat de l'enchevêtrement de dislocations et qui se traduit par un gain en dureté du matériau. La déformation plastique peut aussi être observée par rapport à la réorientation des grains dans la direction de la force tangentielle après usure. Nos matériaux étant obtenus par SLM, nous remarquons que l'élément le plus facilement observable en microscopie est le joint de bain de fusion et non le joint du grain lui-même.

1.5.1. Dureté et phénomène d'écrouissage

Nous allons présenter les duretés avant usure et après usure sans distinction des zones 1 et 2 pour les deux lots de fabrication lors du prélèvement des échantillons. Nous avons réalisé une seule filiation par région et par échantillon (région hors zone de frottement limitrophe de la zone usée, et région sous cette même zone usée qui présente donc la zone déformée plastiquement). Les mesures sont faites de la surface du revêtement vers le substrat à partir de coupes parallèles à la direction de fabrication et perpendiculaires à la direction de frottement au centre de la trace d'usure. Sur la Figure IV. 10 les filiations sont réalisées pour une charge appliquée de 25g. La filiation sous la trace d'usure est translatée d'une distance égale à la profondeur moyenne de la trace d'usure évaluée précédemment par Altisurf.

Nous présentons les résultats par lot de fabrication. La teneur en fer hors trace d'usure et celle au niveau de la trace d'usure seront données en valeur moyenne calculée depuis les 4 zones analysées.

a. Filiation de dureté avant usure

Nous présentons sur la Figure IV. 10 l'évolution des duretés initiales avant essai moyennée sur toute l'épaisseur du revêtement hors ZAT quel que soit le lot de fabrication. Les valeurs de dureté sont exprimées en fonction de la teneur massique en fer initiale des différents revêtements. Nous observons que la dureté diminue globalement quand l'alliage s'enrichit en fer jusqu'à atteindre un minimum pour 32% massique en fer avant d'augmenter à nouveau jusqu'à atteindre un maximum pour 69% massique en fer. Ce constat obtenu sur les revêtements des disques de tribologie corrobore les résultats obtenus en chapitre 3 : la présence du fer en solution solide dans la phase CFC métastable de l'alliage base cobalt adoucit le revêtement (chapitre 3, section 3.3).

Au-delà de 32% massique en fer, il y a création de la martensite α' CC ce qui augmente la dureté moyenne de l'alliage créé, dû au caractère dur de cette phase martensitique. Ce constat vient également corroborer les résultats du chapitre 3.

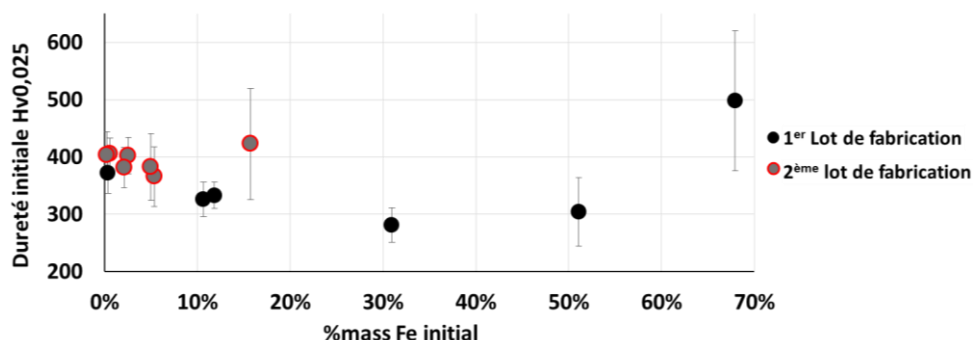


Figure IV. 10 : Évolution de la dureté moyenne des revêtements en fonction de la teneur massique en fer initiale moyennée sur l'ensemble des zones analysées

b. Filiation de dureté après sollicitation de frottement

Après sollicitation tribologique et excepté pour le cas 4 couches du 1er lot de fabrication et les cas 6 et 7 couches du 2ème lot de fabrication, nous remarquons que la dureté du revêtement augmente

après frottement sur une certaine épaisseur qu'on appellera épaisseur affectée par l'écroûissage (Figure IV. 11).

Nous présentons sur la Figure IV. 12 et pour l'ensemble des fabrications, les taux d'écroûissage (équation 4.1) en fonction de la teneur massique en fer en surface de la trace d'usure. La valeur du taux d'écroûissage est évaluée, après superposition des deux filiations, sur l'épaisseur estimée écroûie du revêtement, c'est-à-dire quelques dizaines de micromètres. Nous avons bien pris soin de ne pas prendre en compte les valeurs de dureté de la ZAT dans l'estimation de l'épaisseur écroûie.

$$\text{Taux Écroûissage (\%)} = \frac{H_v(\text{Trace d'usure}) - H_v(\text{Surface non usée})}{H_v(\text{Surface non usée})} \quad (\text{Eq 4.1})$$

Ce qui apparaît en premier lieu, c'est la forte dispersion des résultats entre les deux lots de fabrication, malgré le choix de la variable d'entrée (le %mFe). Mais cette dispersion est surtout caractéristique du second lot de fabrication.

La dépendance du taux d'écroûissage en fonction de la teneur en masse de fer dans la trace d'usure semble présenter 3 tendances.

- Si l'on regarde la gamme des teneurs inférieures à 10% massique, le taux d'écroûissage correspond à un nuage de points qui varie entre 0 et 40%. Il n'y a donc pas de tendance définie. Par contre, dans l'hypothèse forte où nous éliminerions les deux points inférieurs à 10% de taux d'écroûissage, l'ensemble des valeurs montre une linéarité.
- Pour une teneur massique en fer supérieure à 10% en masse, le taux d'écroûissage varie linéairement.

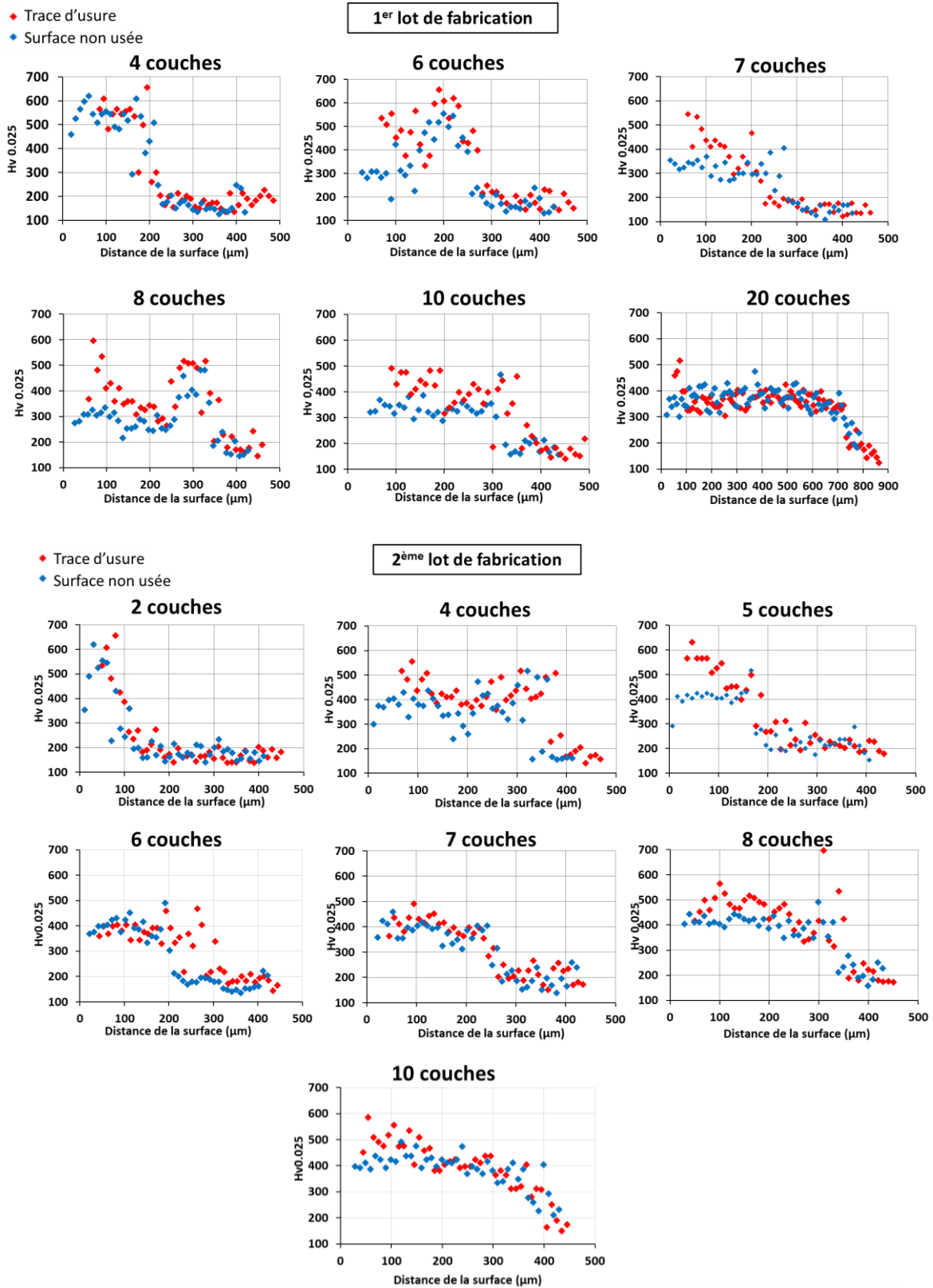


Figure IV. 11 : Filiations de microdureté au niveau de la Trace d'usure vs Surface non usée pour les 2 lots de fabrication

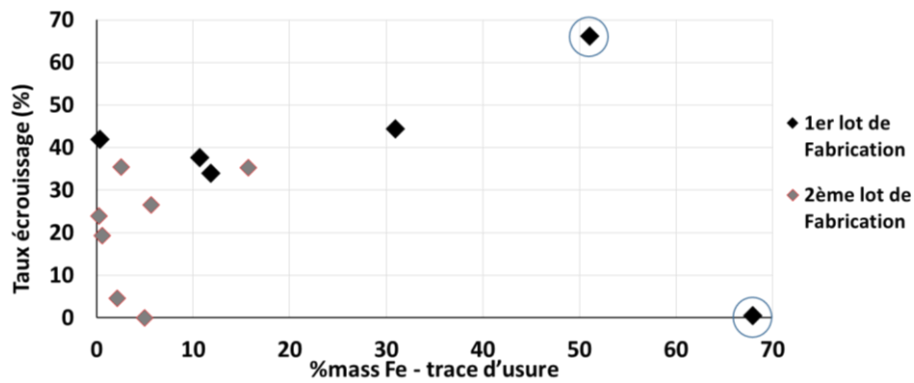


Figure IV. 12 : Niveau d'écrouissage en fonction de la teneur massique en fer dans la trace d'usure moyennée sur l'ensembles des zones analysées

Le point entouré en bleu pour lequel la teneur en fer est de 68% en masse et le taux d'écrouissage de 1% correspondant à un échantillon qui présente une dureté avant tout frottement élevée car la quantité de phase α' -CC est de 40% à 60%. Après frottement, on a en surface d'usure une nette augmentation de phase α' -CC qui devient égale à 100%. Ceci indique que l'on ne peut donc pas augmenter indéfiniment la dureté et quand la dureté initiale est déjà supérieure ou égale à 600 HV, il n'est quasiment pas possible de l'augmenter même après écrouissage.

Le point à 51% massique en fer et un taux d'écrouissage maximal équivalent à 66% correspond à un échantillon qui présenterait une transformation de phase partielle CFC $\rightarrow$ α' CC. La phase CFC initiale très riche en fer est ductile et la phase martensitique α' CC qui en résulte après frottement est très dure. Cette variation pourrait expliquer le gain très important en dureté sous sollicitations de frottement.

1.5.2. Réorientation des joints de bain de fusion

Dans notre étude, nous observons clairement sur une section transverse du revêtement, parallèle à la direction de glissement, une réorientation des joints de bain de fusion (Figure IV. 13). Après sollicitation tribologique, les grains se réorientent donc suivant la direction de glissement, pouvant ainsi créer une certaine texturation.

Nous avons évalué l'épaisseur affectée par cette réorientation par observation au MEB, ceci uniquement pour les échantillons du 1er lot de fabrication (Figure IV. 13). L'épaisseur affectée par l'écrouissage peut aussi être estimée par filiation de microdureté déjà réalisées en coupe.

L'épaisseur affectée par la sollicitation est présentée en Figure IV. 14 en fonction de la teneur en fer en surface de la trace d'usure suivant les 2 méthodes d'estimation, celle traduite par gain de dureté et celle traduite par réorientation du joint.

1^{er} lot de fabrication

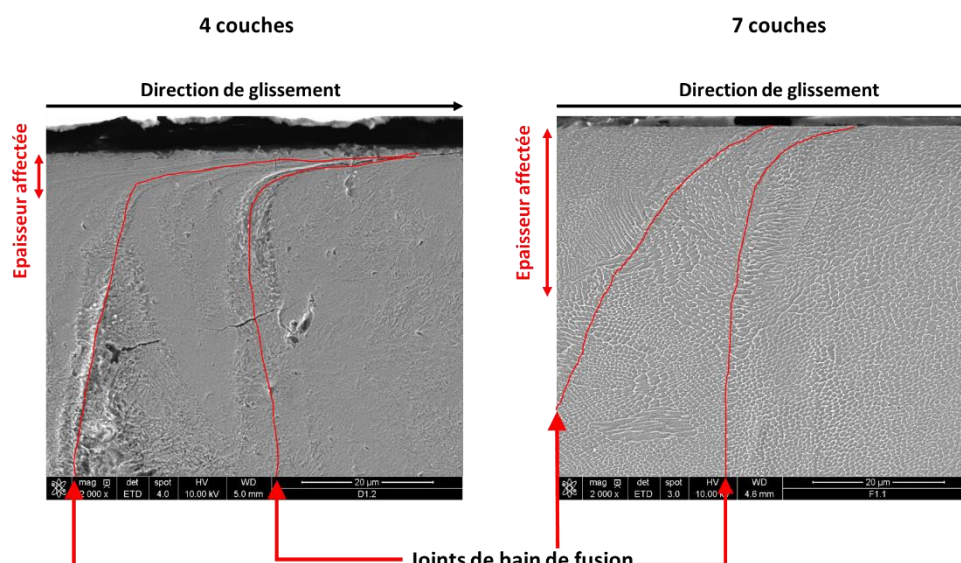


Figure IV. 13 : Images MEB prises au niveau de la trace d'usure sur coupe parallèle à la direction de glissement montrant la réorientation des joints de bain de fusion sur une certaine épaisseur du revêtement

Nous remarquons que l'épaisseur affectée par la sollicitation tribologique estimée par la réorientation du joint est toujours inférieure à celle estimée par les mesures de filiation de dureté excepté pour le cas à 69% en fer correspondant au cas 4 couches pour lequel la microstructure est 100% α' CC donc martensitique après usure.

L'évolution de l'épaisseur affectée montre que celle estimée par réorientation du joint est quasi-constante jusqu'à 11% en fer pour diminuer au-delà avec une tendance quasi-linéaire. Par contre, celle estimée par les mesures de filiation de dureté augmente jusqu'à pratiquement cette même teneur pour diminuer ensuite avec une tendance linéaire également.

Ainsi, l'épaisseur affectée par la déformation plastique, mesurée expérimentalement, a tendance à diminuer quand la teneur massique en fer augmente. Autrement dit, l'épaisseur affectée par l'écrouissage a tendance à augmenter quand la déformation plastique est pilotée par la transformation de phase CFC métastable $\rightarrow$ HC et à tendance à diminuer quand la phase très dure α' CC est présente en surface de frottement.

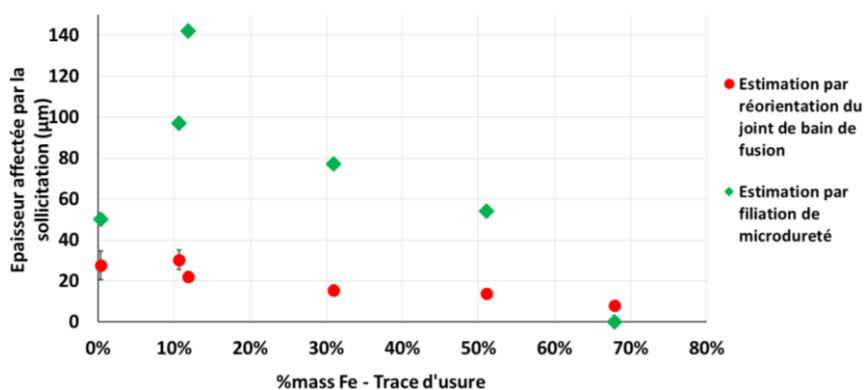


Figure IV. 14 : Évolution de l'épaisseur affectée par la déformation plastique traduite par la réorientation des joints de bain de fusion comparée à celle estimée par microdureté, en fonction de la teneur massique en fer au niveau de la trace d'usure

1.6. Essais interrompus pour un revêtement à 8 couches

Dans ces essais interrompus, le paramètre variable ne sera plus l'épaisseur du revêtement mais la distance de glissement afin d'augmenter l'épaisseur d'usure au fur et à mesure des essais. Ceci entraîne nécessairement une variation de la teneur en fer au niveau de la trace d'usure en descendant dans l'épaisseur du revêtement. L'interruption des essais permet d'analyser entre deux essais consécutifs la teneur en fer en surface de la trace d'usure et aussi caractériser les phases cristallines formées.

Nous adoptons donc ici une démarche différente pour tenter d'apporter des informations supplémentaires entre la teneur en fer dans le revêtement et les transformations de phases cristallines engendrées sous sollicitations tribologiques, en l'occurrence les transformations $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$ ou/et $\text{CFC} \rightarrow \text{martensite } \alpha'\text{CC}$.

Nous présenterons les résultats d'essais interrompus sur un disque avec un revêtement formé avec 8 couches. Les paramètres tribologiques appliqués sont constants (Tableau II. 11).

Les interruptions d'essais et les analyses de la trace d'usure sont réalisées pour des intervalles de distance de glissement de l'ordre de $\Delta x = 372$ mètres et parfois $2\Delta x$ et parfois $4\Delta x$. La distance totale cumulée est de 11160m. Pour chaque nouvelle reprise d'essai tribologique, nous utilisons une nouvelle bille en Al_2O_3 .

A chaque interruption, nous réalisons des analyses EDS en surface de la trace d'usure pour déterminer la composition chimique et des analyses DRX pour déterminer les phases présentes et le dosage adéquat. La profondeur et la largeur de la trace après chaque interruption d'essai sont déterminées via le moyen Altisurf.

Comme dans la section précédente, nous présentons les essais par zone 1 et 2 qui désignent respectivement la zone à plus haute teneur en fer et plus basse teneur en fer.

1.6.1. Évolution de la teneur en fer au cours de la sollicitation tribologique

Nous montrons sur les courbes de la Figure IV. 15 l'évolution de la teneur massique moyenne en fer mesurée sur la surface de la trace d'usure en fonction de la distance totale de glissement. Cette même évolution est tracée en fonction de la profondeur d'usure sur la zone définie à la surface du disque.

A l'état initial la zone 1 présente une teneur massique en fer de 17 % et la zone 2 présente une teneur massique de l'ordre de 9 % (ces valeurs sont cohérentes avec un échantillon 8 couches d'un lot de première fabrication). Après la première interruption d'essai (372 m de distance de glissement), on constate une augmentation similaire de la teneur massique en fer en surface des deux zones (de l'ordre de 5% en masse pour les deux zones). La profondeur d'usure est dans ce cas de l'ordre de 20 μm pour les deux zones.

Nous observons ensuite un palier, sans évolution notable de la teneur massique en fer, pendant une distance de glissement de 7500 m pour les deux zones. En fin de palier, la profondeur d'usure atteint 200 μm pour la zone 1 et 180 μm pour la zone 2.

Au-delà de 7500 m et jusqu'à la fin de l'essai, nous constatons une divergence de comportement entre les deux zones. La zone 2 n'évolue plus alors que la teneur en fer de la zone 1 augmente très fortement tout comme la profondeur de la trace d'usure.

En fin d'essai, après 11160 m de distance de glissement, la zone 1 présente une teneur en fer de 50% massique et une profondeur d'usure de 305 μm alors que la zone 2 présente une teneur en fer de 15% massique et une profondeur d'usure de 180 μm .

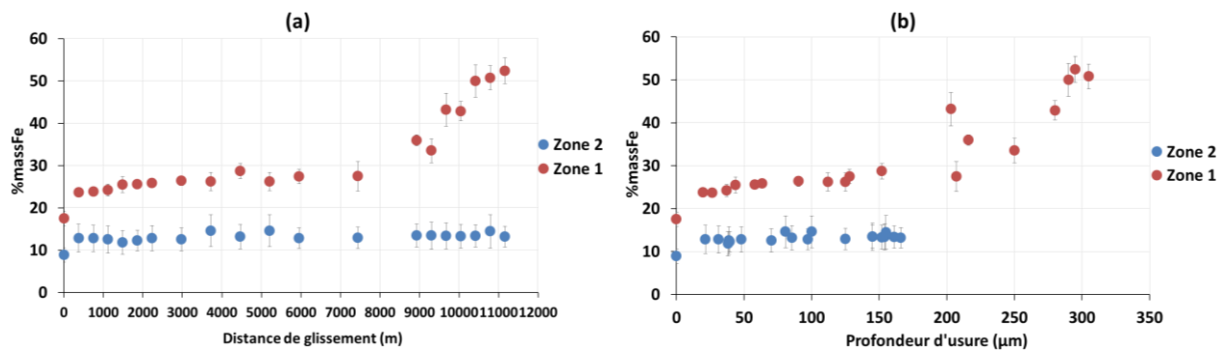


Figure IV. 15 : Teneur massique en fer en fonction de la distance de glissement (a) et de la profondeur d'usure (b) pour les essais interrompus sur un disque à 8 couches

1.6.2. Évolution des phases cristallines au cours de la sollicitation tribologique

Nous présentons sur la Figure IV. 16 l'évolution des taux de phases en fonction de la distance de glissement pour la zone 1. La microstructure de la zone 2 restera toujours monophasée HC sur l'ensemble de l'essai tribologique.

Initialement, pour une teneur en masse en fer de 9% en zone 1 et de 17% en zone 2, la microstructure est CFC métastable avec une phase HC résiduelle. Après la première interruption, c'est-à-dire 372 mètres de glissement, la surface de trace d'usure est entièrement HC. Ceci signifie que la transformation CFC $\rightarrow$ HC est totale. Cette transformation reste complète jusqu'à une distance de glissement de 7500m, correspondant au palier où la teneur en fer est stabilisée pour la zone 1.

Au-delà de ce seuil, la phase α' CC apparaît progressivement dans la zone 1 et coexiste avec la phase HC. Le taux de la phase α' CC augmente avec la distance de glissement et est d'autant plus important que la teneur en fer croît avant d'atteindre un palier à partir de 10000 m de glissement. En fin d'essai, la quantité de phase α' CC dans la zone 1 est de l'ordre de 93%.

On constate donc que la phase CFC métastable n'est absolument pas observable dans la trace d'usure. La phase CFC métastable était donc initialement présente en profondeur du revêtement à 8 couches et elle a été soit totalement transformée en phase HC soit transformée en phases HC et α' CC sous sollicitations tribologiques.

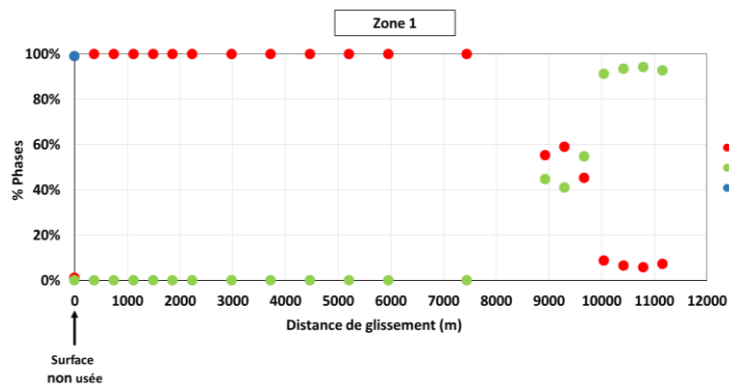


Figure IV. 16 : Évolution des taux de phases HC et CC en fonction de la teneur massique en fer pour les essais interrompus dans la zone à plus haute teneur en fer

Nous avons réalisé des profils line-scan directement sur la surface de la trace d'usure de la zone 1 dans le sens de la largeur pour les 3 essais précédents le dernier (Figure IV. 17). Les résultats mettent en évidence que la teneur en fer est moins importante aux bords de la trace et est maximale au centre de la trace d'usure.

Nous avons arrêté la campagne d'essais interrompus quand la teneur en fer au centre de la trace atteint 100% sur certains points d'analyse, ce qui signifie à notre avis que la bille touche le substrat C35.

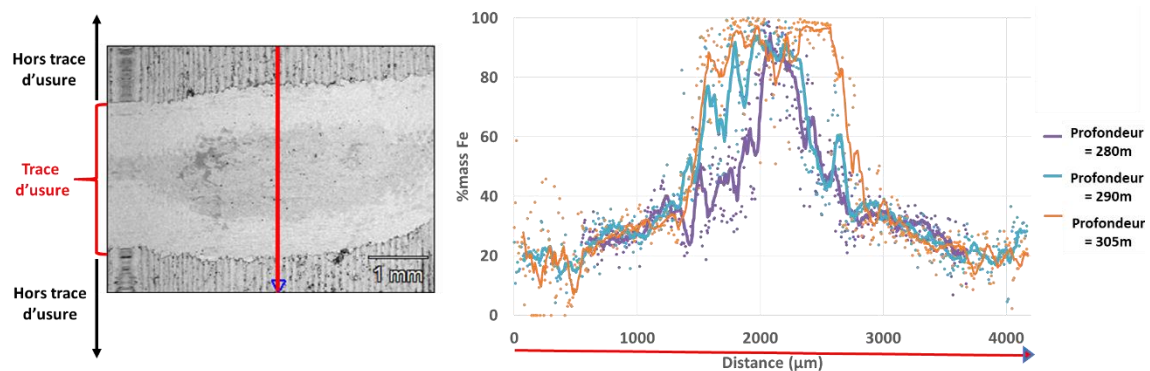


Figure IV. 17 : Line scan EDS sur la largeur de la trace d'usure du côté de la zone 1 à plus forte teneur en fer

1.6.3. Évolution des phases cristallines en fonction de la teneur en fer

Nous représentons sur la Figure IV. 18 les taux de phase dans la trace d'usure en fonction de la teneur massique moyenne en fer pour les zones 1 et 2. Nous observons que la surface de la zone de frottement est complètement HC jusqu'à des teneurs massiques en fer de $\sim 31\%$ (exactement entre $27,50 \pm 3,48\%$ et $33,55 \pm 2,84\%$). Il y a basculement du comportement et apparition de la phase $\alpha'CC$ à partir de 34% massique en fer et elle devient majoritaire à partir de 44% massique en fer.

Pour information dans la zone 1, l'apparition de la phase $\alpha'CC$ à partir de 34% massique en fer correspond à une profondeur d'usure de l'ordre de 220 μm . Elle devient majoritaire à une profondeur d'usure de l'ordre de 280 μm .

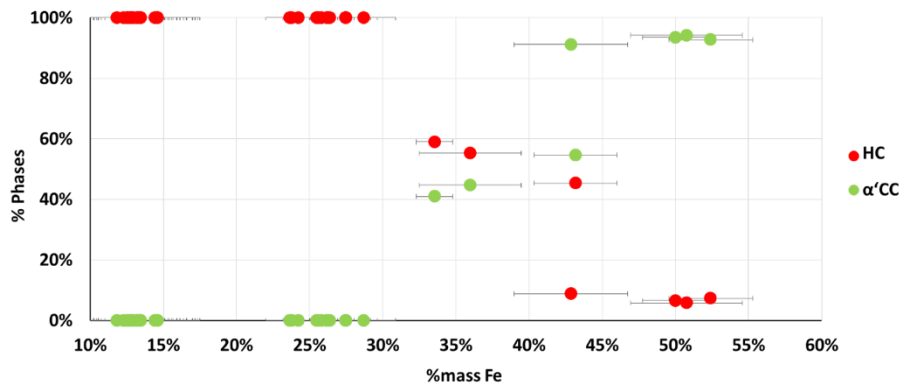


Figure IV. 18 : Compilation des résultats des essais interrompus : Taux de phases en fonction de la teneur moyenne en fer dans la trace d'usure

2. Nature et déformation des grains mesurées par EBSD

Pour compléter l'étude précédente et mieux cerner les évolutions microstructurales observées par les méthodes classiques (DRX, MEB...), nous avons réalisé une étude EBSD sur certains échantillons afin de comprendre les mécanismes qui se mettent en place sous sollicitations tribologiques à l'échelle des grains.

Nous avons réalisé des cartographies EBSD en coupe des revêtements qui nous a permis d'observer la microstructure dont les joints de grain qui sont impossibles à discerner par attaque chimique. Les joints des bains de fusion sont aussi mis en évidence.

L'étude de la texturation des grains sous sollicitations tribologiques dans le cas base cobalt et le cas base fer sera comparée avec les analyses DRX faites en surface des revêtements.

2.1. Phases et orientations cristallographiques par EBSD

Nous avons choisi de réaliser les analyses EBSD sur 2 disques tribologiques du 1er lot de fabrication, qui se différencient par des teneurs en fer en surface très différentes :

- Le disque avec 10 couches de revêtement (avec une épaisseur moyenne estimée en coupe à $385 \pm 35 \mu\text{m}$) pour lequel la teneur massique de fer en surface est de l'ordre de 9%. La transformation de phase après essai tribologique, observée par DRX, serait complète et de la forme CFC $\rightarrow$ HC.
- Le disque avec 4 couches de revêtement (épaisseur moyenne estimée en coupe à $238 \pm 4 \mu\text{m}$) pour lequel la teneur massique de fer en surface est de l'ordre de 65% et la transformation de phase après essai tribologique serait complète et de la forme CFC $\rightarrow$ martensite α' CC.

Pour chacun de ces deux échantillons, des cartographies de phases EBSD sont réalisées sur des observations en coupe dans la trace d'usure dans le sens parallèle à la direction de glissement et hors de la trace d'usure dans une zone limitrophe de cette dernière. Ceci, afin d'identifier l'évolution microstructurale, dans l'épaisseur du revêtement, générée par le frottement.

Le pas de mesure est de $1 \mu\text{m}$ pour tous les cas de figures. La vitesse d'acquisition est de 20,38 Hz pour le cas 10 couches et est de 66,30 Hz et 40,03 Hz pour le cas 4 couches pour respectivement les zones hors trace d'usure et dans la trace d'usure.

2.1.1. Hors zone de frottement

Pour les zones non sollicitées tribologiquement, nous constatons que la taille moyenne des grains est plus fine dans le cas 4 couches que 10 couches. Les images de la Figure IV. 19 montrent les phases et aussi les orientations cristallographiques des grains autour de l'axe X en utilisant le code couleur RVB, pour les deux types d'échantillons.

Pour 10 couches de revêtement, les grains sont colonnaires et un grain peut traverser plusieurs couches. On parle alors de croissance épitaxiale en fabrication additive (Figure IV. 19b & d). La taille des grains varie entre 4,37 μm et 102,73 μm . Nous notons la présence d'un joint de grains qui traverse toute l'épaisseur du revêtement au milieu de chaque passe laser. D'après des estimations que nous avons réalisées par analyse d'image, la direction de croissance des grains se fait à environ $46^\circ \pm 10^\circ$ par rapport à la direction de fabrication.

Concernant le cas du revêtement à 4 couches et dont la composition chimique est un mélange de fer du substrat et des éléments de la poudre avec une prédominance pour le fer (~65% massique moyenne en fer en surface), les grains sont petits (< 21,29 μm) et de forme équiaxe. Ceci résulte d'un refroidissement relativement homogène dans l'épaisseur du revêtement (Figure IV. 19a & c). Nous pensons que ceci est expliqué par un gradient thermique dans l'épaisseur du revêtement moins important que ce qu'il peut être dans un revêtement plus épais et pour lequel nous avons donc observé des grains colonnaires [LIU-Y18]. L'orientation des grains est donc aléatoire dans toute la section mais pour les grains les plus grands, nous retrouvons un peu la même forme que pour 10 couches.

Nous retrouvons cette même morphologie des grains équiaxes, à l'interface revêtement/substrat pour le cas 10 couches, interface qui correspond à la zone affectée thermiquement. Nous pouvons alors émettre l'hypothèse forte que dans le cas 4 couches, le revêtement dans toute son épaisseur correspond encore à la zone affectée thermiquement.

Dans le revêtement 10 couches et du point de vue orientations cristallographiques, nous remarquons également la présence importante des plans (111) par rapport à l'axe X (Figure IV. 19c), qui est la direction parallèle à la surface du revêtement, et qui sont les plans les plus denses dans un système CFC. Le revêtement à 10 couches correspond donc à un système monophasé CFC sur toute l'épaisseur du revêtement avec de la phase HC résiduelle en extrême surface (Figure IV. 19 b).

Le revêtement 4 couches correspond quant à lui à un système biphasé α' CC + CFC sur toute l'épaisseur du revêtement (Figure IV. 19 b) ce qui corrobore les grandes valeurs mesurées de micro-dureté (section 1.5.1). Sur la cartographie de phases (Figure IV. 19 b), nous pouvons constater que la phase α' CC est largement majoritaire dans l'épaisseur du revêtement. La phase CFC est très présente dans les joints de bains de fusion constituant l'interface entre les passes laser. Le calcul des valeurs de quantité de phase montre un ratio de 10/90 en faveur de α' CC, tandis qu'en extrême surface ce ratio est de 38/62 toujours en faveur de α' CC. Cette valeur de ratio est sensiblement différente de celle mesurée par DRX (pour un volume total d'analyse de $5 \times 5 \times 0,007 \text{ mm}^3 = 0,175 \text{ mm}^3$) (Figure IV. 3) qui donne 40/60 en faveur de la phase α' CC. On suppose que la taille de la cartographie en EBSD (400 μm de largeur) est noyée dans une valeur moyenne de ratio mesuré par DRX.

Concernant les orientations cristallographiques, l'image en Figure IV. 19d met en évidence une orientation aléatoire des grains dans toute la section.

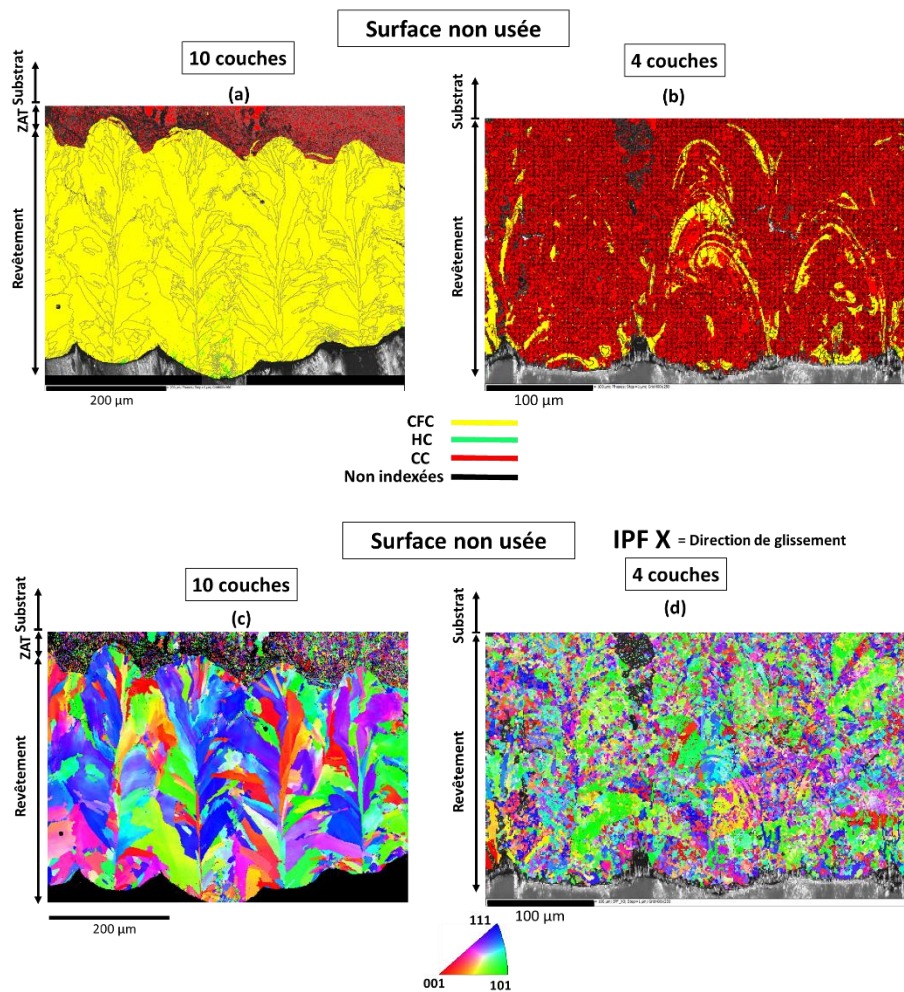


Figure IV. 19 : Cartographies de phases (a & b) et Cartographies d'orientation codées en IPF_x (c & d) pour les cas 10 couches et 4 couches du 1er lot de fabrication des disques tribologiques hors de la trace d'usure

2.1.2. Dans la zone de frottement

En tenant compte de la variation d'épaisseur du revêtement due à la perte dimensionnelle par usure, la construction de chaque image en Figure IV. 20 permet de montrer une coupe de la zone usée. En observant les zones sous la trace d'usure, nous notons des modifications microstructurales sous sollicitations tribologiques pour les deux épaisseurs de revêtement.

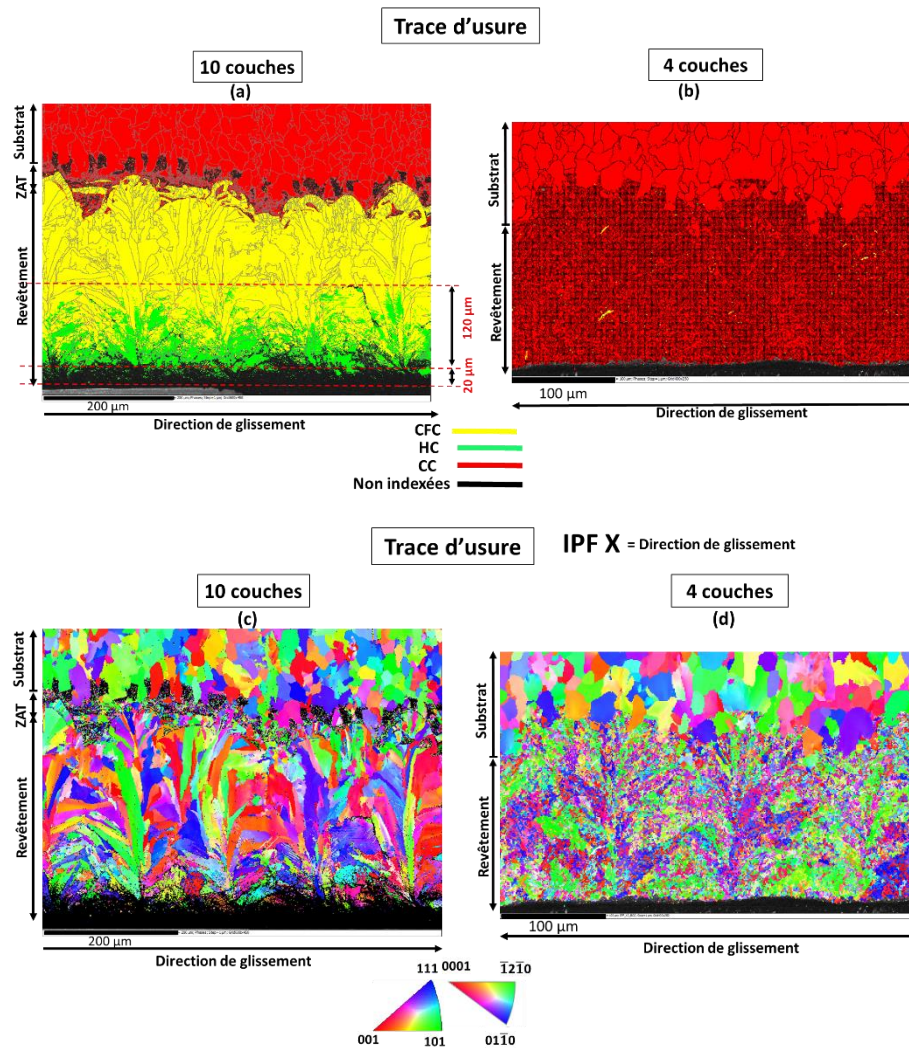


Figure IV. 20 : Cartographies de phases (a & b) et Cartographies d'orientation codées en IPF X (c & d) pour les cas 10 couches et 4 couches de la fabrication 1 des disques tribologiques dans la trace d'usure.

Pour 10 couches de revêtement, nous observons des zones non indexées en extrême surface qui traduisent une densité importante de dislocations, ce qui pourrait aussi être attribué à une certaine perte de cristallinité ou à la présence de grains de taille nanométrique. Dans ces régions (épaisseur de 20µm), le système cristallin a basculé d'un système monophasé CFC vers un système entièrement HC. Sur une épaisseur supplémentaire de 120µm, le système cristallin bascule partiellement vers un système HC. La quantité de phase HC diminue au fur et à mesure que l'on pénètre dans le revêtement.

Pour le cas 4 couches, le comportement est différent. La transformation $CFC \rightarrow \alpha'CC$ est mise en évidence et cette transformation semble complète sur toute l'épaisseur du revêtement en comparant l'image à celle obtenue hors trace puisqu'on démarre d'un système biphasé CFC+ $\alpha'CC$ vers un système complètement $\alpha'CC$. En effet, l'EBSD ne faisant également pas de distinction entre la ferrite CC et la martensite $\alpha'CC$, la phase en couleur rouge dans le revêtement pourrait être attribuée à de la martensite α' auquel cas la transformation de phase $CFC \rightarrow \alpha'$ martensite aurait lieu de la surface du revêtement jusqu'à l'interface substrat/revêtement, soit sur ~150 µm. Par ailleurs, contrairement au cas du revêtement à 10 couches, nous ne repérons aucune zone non indexée (zones noires).

L'étude de ces deux cas permet de comparer les transformations de phase sous sollicitations tribologiques se produisant dans un système plutôt base cobalt et un système plutôt base fer. Nous

décrivons dans le chapitre 5 en quoi la transformation de phase semble plus facilitée dans les bases fer que dans les bases cobalt, ceci pour des mêmes paramètres d'essais mécaniques.

2.1.3. Évolution du taux de transformation CFC→HC dans l'épaisseur du revêtement

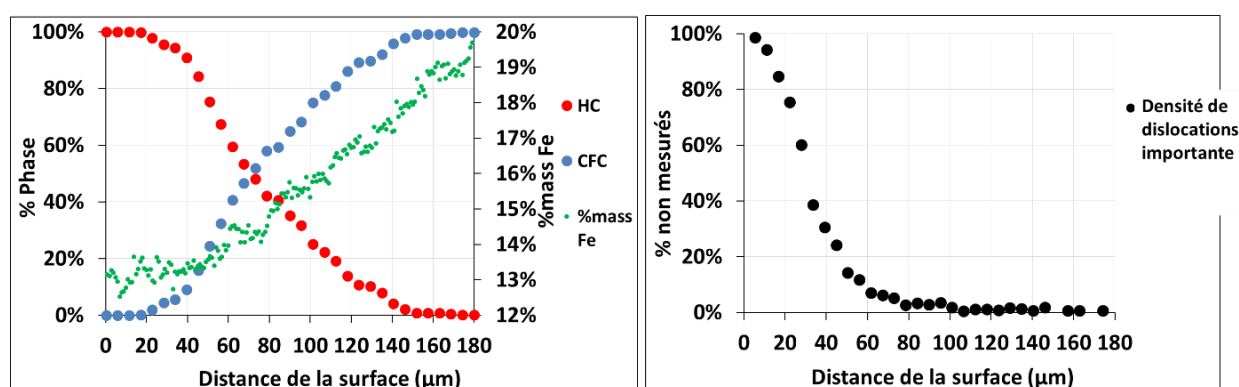
Nous présentons sur la Figure IV. 21 l'évolution dans l'épaisseur des taux de phases CFC et HC depuis la surface usée du revêtement vers l'interface pour le revêtement à 10 couches. Nous rapportons sur le même graphe l'évolution de la teneur massique moyenne en fer depuis la surface de la trace d'usure jusqu'à 180 µm de profondeur.

Nous avons déterminé les taux des phases et leurs variations dans l'épaisseur à partir d'estimations faites sur des tranches d'analyses de 5,625 µm d'épaisseur et 400µm de largeur, de sorte à couvrir toute la surface cartographiée, ceci en utilisant les fonctionnalités du logiciel Channel 5 associé au moyen EBSD.

La transformation de phase CFC→HC est complète pour des teneurs massiques en fer entre 7% et 13%, au-delà elle devient partielle. Elle est absente à partir de 19% massique en fer, sachant que la déformation plastique diminue de la surface vers l'intérieur du revêtement.

La transformation de phase CFC→ HC est donc totale sur les 20 premiers micromètres de la trace d'usure et se poursuit jusqu'à une profondeur de 140 µm dans la zone d'usure.

Le pourcentage de zones non indexées, qui traduit soit une densité de dislocations importante soit une taille nanométrique de grains est très élevé en extrême surface de la zone d'usure et diminue dans l'épaisseur de celle-ci jusqu'à disparaître à ~60µm d'épaisseur. A noter que Channel 5 peut toujours considérer des points non indexés mais nous avons estimé qu'en dessous de 10% de pixels non indexés, ceux-ci ne sont plus attribués à un état cristallin particulier ou à une déformation plastique importante : cela devient juste une information très locale manquante.



2.1.4. Vérification en utilisant les données EDS de l'analyse EBSD du cas de la transformation CFC→α'CC

Indépendamment des sollicitations tribologiques, nous avons pu déterminer par EBSD et DRX que le revêtement à 4 couches présente deux types de phase : des grains CFC et des grains α'CC. Nous rappelons que l'on peut repérer les grains de la phase CFC hors trace d'usure notamment dans les joints de bain de fusion. Nous nous proposons de vérifier dans ce paragraphe si la phase α'CC sous la surface de frottement est le résultat de la transformation CFC→α'CC induite lors des essais

tribologiques, et si cette transformation est effective sur toute l'épaisseur du revêtement ou seulement sur une partie. Pour ce faire, nous essayerons de différencier les grains CFC et les grains α' CC par leurs teneurs respectives en fer une fois avant essai et une fois après essai pour vérifier la transformation de phase CFC $\rightarrow$ α' CC.

a. Difficultés de la mesure

Pour identifier la teneur en fer dans chacune des phases, nous utilisons les diagrammes EDS qui présentent la variation en fréquence relative du nombre des pixels mesurés en fonction du nombre de coups (Figure IV. 22). Le nombre de coups enregistrés pour le fer est relatif à sa teneur massique et aussi atomique. Nous précisons que les conditions EBSD, impliquant un angle d'inclinaison de 70° entre l'échantillon et l'horizontale, ne sont pas optimales pour des quantifications EDS précises. A cela se rajoute l'imprécision de la quantification à l'échelle du grain (CFC ou α' CC) qui dépend du pas d'acquisition et aussi de la taille du pixel. Ceci fait qu'une mesure prise sur un pixel situé proche d'un joint interphases CFC/ α' CC pourrait inclure la composition des deux phases. La poire d'interaction de l'électron étant d'environ $1\text{ }\mu\text{m}^3$.

Hors zone de frottement et tout en considérant les imprécisions de la mesure citées, le pic du diagramme EDS est vers 13500 cps pour la phase CFC et 15500 cps pour la phase CC. La phase CFC est donc moins riche en fer que la phase CC dans l'ensemble de l'épaisseur du revêtement. Cependant, il y a moins de points enregistrés sur le diagramme EDS de la phase CFC que celui pour la phase CC, ce qui est attendu car la proportion en phase CFC est moindre, estimée à 10% avec Channel 5.

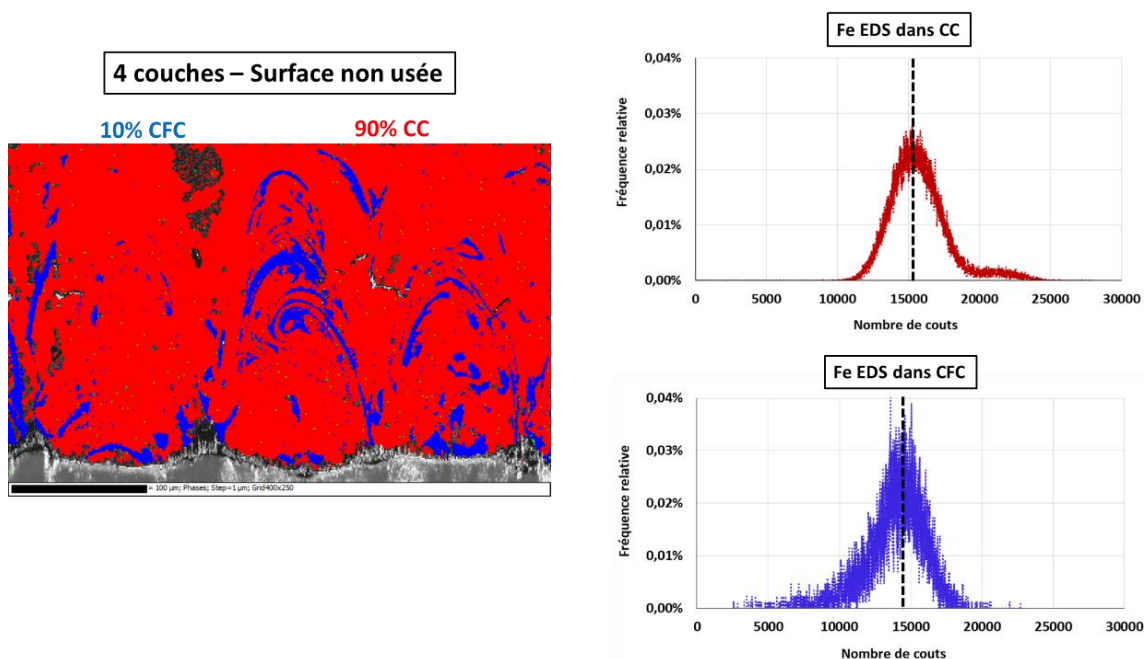


Figure IV. 22 : Diagrammes EDS en fréquence relative pour l'élément fer dans chacune des phases CFC et CC dans l'épaisseur du revêtement à 4 couches avant sollicitation tribologique.

b. Teneur en fer dans les phases CFC et α' CC

En utilisant les fonctionnalités du logiciel Aztec, du côté de la surface non usée, nous relevons des mesures en points EDS sur 3 niveaux d'épaisseur différents du revêtement et dans chacune des phases CFC et α' CC. Ceci afin d'estimer la teneur massique en fer dans chacune des phases. La même démarche est adoptée après usure mais sur toute l'épaisseur du revêtement sans distinction de

niveaux. La proportion de la phase CFC dans le revêtement usé est très faible voire négligeable (estimée à 0,21% par Channel 5) (Figure IV. 23).

Dans la partie hors usure : La teneur massique en fer est plus faible dans la phase CFC que dans α' CC quelle que soit la zone analysée. Elle augmente dans la phase α' CC de la surface du revêtement ($60,28\% \pm 2,74\%$ en masse) vers l'interface substrat/revêtement ($74,83\% \pm 15,82\%$ en masse) alors que dans la phase CFC elle est pratiquement constante entre la surface et le milieu du revêtement ($\sim 47\%$ masse). Elle devient légèrement plus importante au niveau de l'interface substrat/revêtement $50,72\% (\pm 7,81\%$ en masse).

Ainsi, globalement, les teneurs massiques en fer dans la phase CFC varient de $\sim 41\%$ à $\sim 58\%$. Quant à la phase α' CC, elles correspondent à des teneurs comprises entre 61% et 75% en masse.

Au niveau de la trace d'usure : En observant les teneurs massiques en fer dans la phase α' CC, nous constatons qu'il existe deux régions avec des teneurs massiques en fer totalement différentes.

La première région a des teneurs massiques comprises entre $\sim 80\%$ et $\sim 88\%$, correspondant préférentiellement aux teneurs dans la phase α' CC du revêtement non usé. La deuxième région, a des teneurs massiques allant de $\sim 50\%$ à $\sim 60\%$. Ces teneurs en fer correspondant préférentiellement à celles de la phase CFC du revêtement non usé. Cette gamme de teneurs laissent donc supposer que cette région correspond à une phase initialement CFC qui s'est transformée en α' CC sous sollicitations tribologiques.

Ces zones sont distribuées de manière un peu hétérogène dans l'épaisseur du revêtement. Les grains de cette phase CFC étaient initialement présents dans les joints de bain de fusion.

Ces résultats complètent et appuient l'hypothèse de la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC dans l'étude tribologique, sachant que la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC concerne les aciers austénitiques, donc les bases fer initialement CFC.

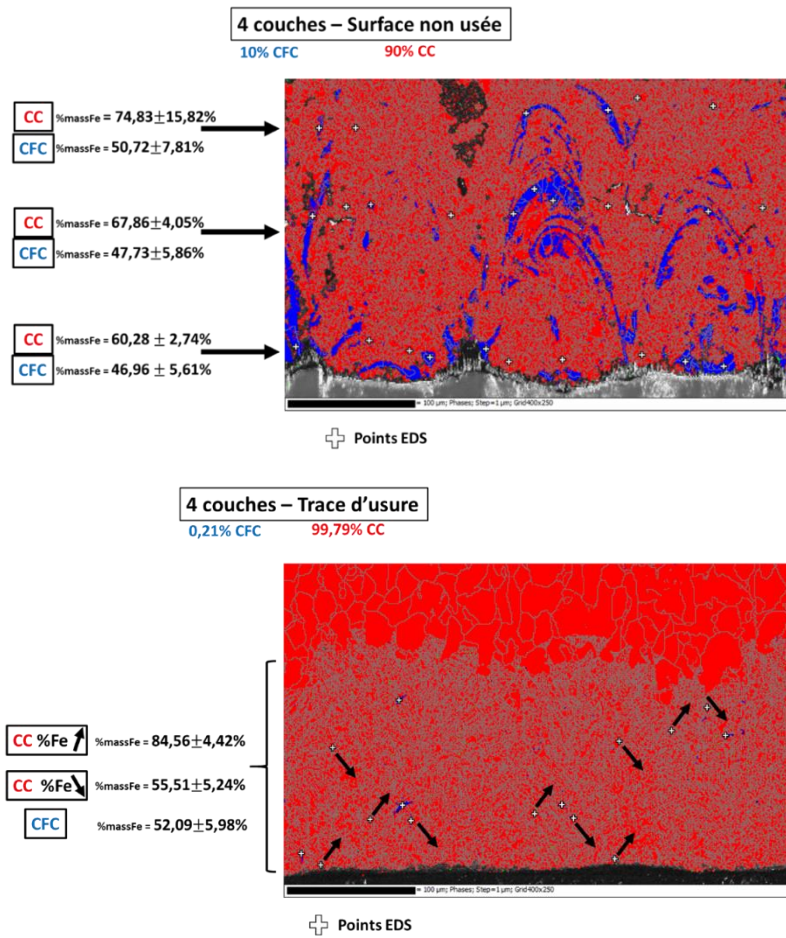


Figure IV. 23 : Teneurs massiques en Fer mesurées par EDS dans chacune des phases CFC et CC sur le revêtement non usé et au niveau de la trace d'usure

2.2. Étude de la texturation cristallographique

La texturation est l'orientation préférentielle que possèdent les cristaux d'un matériau dans une direction donnée. Cette texturation peut être induite par le procédé ou par la sollicitation mécanique. Dans notre cas, nous allons étudier les orientations cristallographiques des grains pour voir s'il y a texturation induite par le frottement dans les nouvelles phases créées par plasticité ou initialement présentes, à savoir HC et α' CC.

La texturation d'un plan d'une phase donnée peut être par EBSD par la valeur du MUD et aussi la grandeur appelée J-index comme elle peut être quantifiée via le coefficient de texturation T^* à travers les intensités des pics de diffraction en DRX.

Le MUD (Multiple of Uniform Density) renseigne sur la densité de présence des plans donnés puisque c'est l'écart entre la densité des points mesurés dans une direction donnée par rapport à la densité théorique dans le cas d'un polycristal aléatoirement orienté. Par définition, un MUD égal à 1 correspond donc à une distribution aléatoire des orientations des plans. Un MUD très supérieur à 1 indique la texturation des plans selon les directions considérées.

Le J-Index est un indice de texturation dont la définition [BUN82] est : l'intégrale du carré de la fonction des distributions des orientations (ODF : Orientation Distribution Function).

Soit $J\text{-index} = \int |f(g)|^2 dg$ avec $f(\varphi_1, \psi, \varphi_2)$ la fonction ODF et $\varphi_1, \psi, \varphi_2$ les angles d'Euler, dg est l'élément de volume dans l'espace d'Euler.

Par définition, le J-Index est proche de 1 quand le polycristal est aléatoirement orienté.

2.2.1. Figures de pôles pour les orientations cristallographiques

Nous avons relevé les figures de pôles suivant les axes X, Y et Z des cartographies du cas 10 couches pour étudier la texturation de la phase HC issue de la transformation CFC→HC (Figure IV. 24). Pareillement pour le cas 4 couches, pour regarder s'il y a texturation de la phase α' CC initialement existante ou issue de la transformation CFC→ α' CC (Figure IV. 25).

Sur la Figure IV. 26 nous montrons les diagrammes DRX pour ces 2 cas de figure afin de mettre en évidence la texturation ou pas près de la surface usée. Cette texturation serait potentiellement identifiée sur le spectre DRX en analysant les intensités des pics qui diffractent. L'analyse DRX donne de l'information uniquement sur les 7 premiers micromètres à partir de la surface d'usure.

Nous constatons sur les figures de pôles du cas 10 couches (Figure IV. 24) la mise en place d'une texturation. Cette texturation concerne le plan basal (0001) de la phase HC suivant un certain angle par rapport à Y(=Direction de fabrication). Grâce aux fonctionnalités du logiciel Channel 5, nous avons estimé cet angle à $41,9^\circ \pm 3,7^\circ$. Cette valeur rappelle la direction de croissance des grains initiaux CFC qui étaient orientés à environ $46^\circ \pm 10^\circ$ ainsi la forme des grains de la nouvelle phase HC créée épouse celle de la phase mère CFC (Figure IV. 29).

Cependant, ce constat de texturation s'accorde avec ce que l'on trouve dans la littérature au sujet des alliages base cobalt sous sollicitation tribologique pour lesquels les plans (0001) de la nouvelle phase HC issue de la transformation se texturent et la direction de texturation est celle du glissement dans laquelle ces plans se réorientent préférentiellement [PER-A03, PER-T03, CAB19]

Dans le présent travail et dans le cas 10 couches, on perd la majorité du signal sur les 20 premiers microns. La seule façon d'étudier la texturation près de la surface de contact est dans notre étude l'analyse du spectre DRX qui, lui, renseigne de l'information sur les 7 premiers microns d'épaisseur. Les plans qui diffractent sont ceux parallèles à la surface du revêtement et donc à celle de la trace d'usure.

On note l'intensité importante du pic diffracté (002) qui est le parallèle à (001) (Figure IV. 26). Dans la fiche JCPDS de référence et pour une poudre cobalt HC isotrope à grains fins, le classement des pics diffractés du plus intense au moins intense est le suivant : (011) puis (002) et (010) avec (011) à R=100%, (002) à R=27,7%, (010) à R=25,5%, R étant la référence standard (aléatoire) de l'intensité du pic hkl (chapitre 2, section 4.1.2).

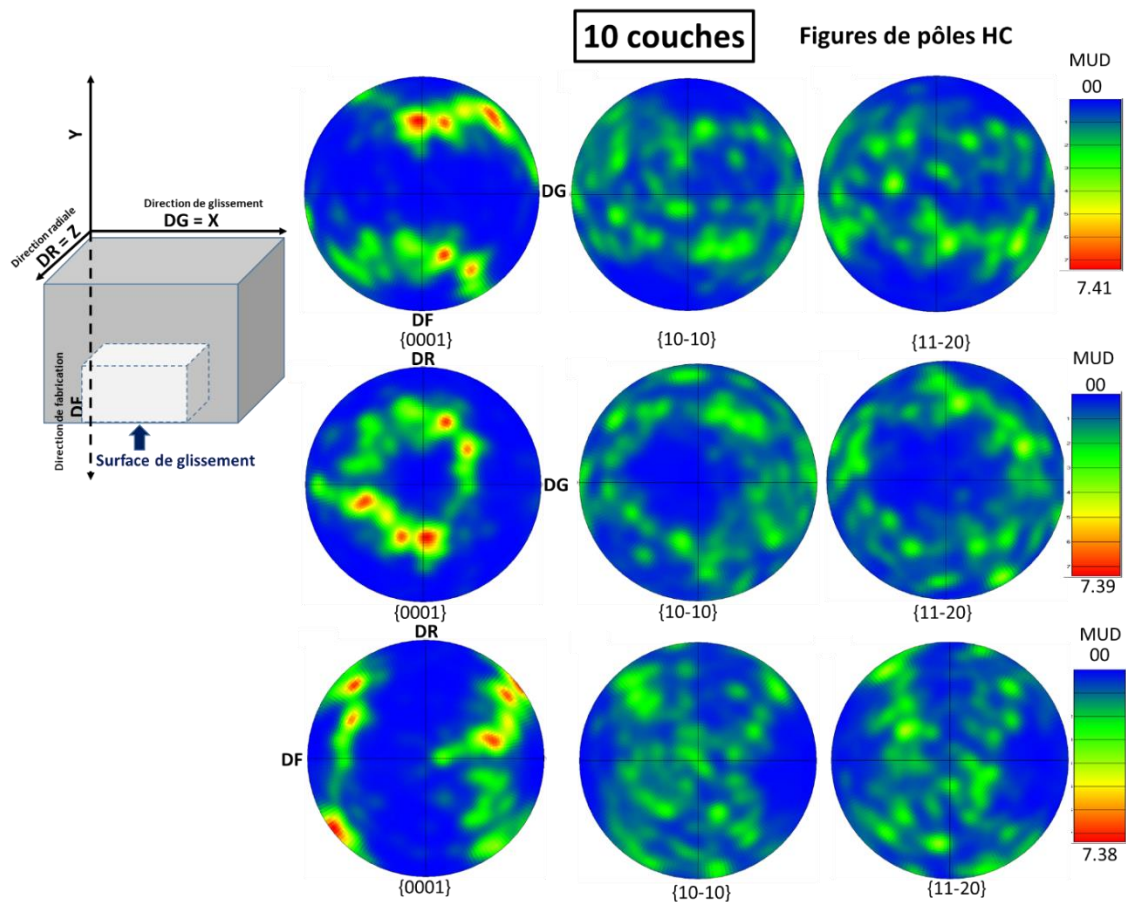


Figure IV. 24 : Figures de pôles dans le cas 10 couches pour la mise en évidence de la texturation des plans standards de la phase HC, dans le sens parallèle à la trace d'usure. DF : Direction de fabrication, DG : Direction de glissement, Z : DR Direction radiale

Dans le cas 4 couches, aucune texturation n'a pu être décelée, aucun plan ne montre de texturation car le classement des pics les plus intenses correspond à ce qui est indiqué dans la fiche JCPDS de référence pour la phase CC (Figure IV. 26), ceci est confirmé par ailleurs par les figures de pôles car aucun des plans standards ne montre de texturation (Figure IV. 25).

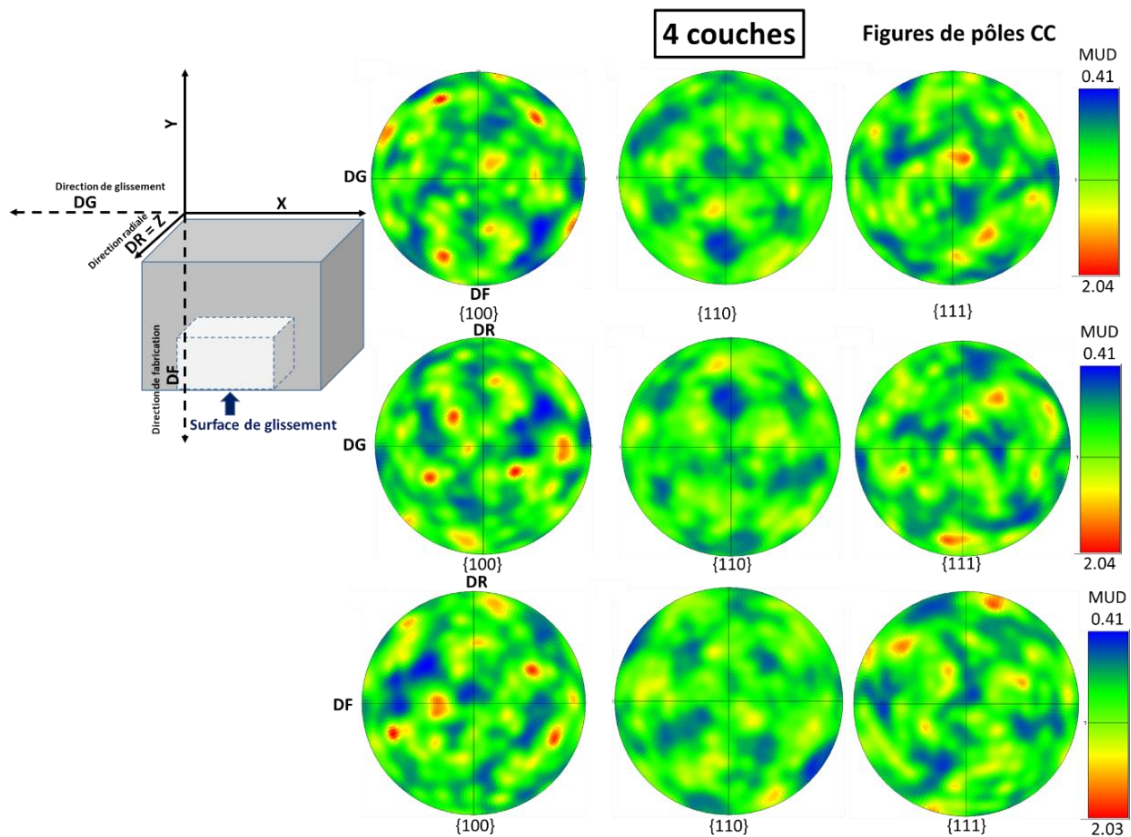


Figure IV. 25 : Figures de pôles dans le cas 4 couches pour la mise en évidence des orientations cristallographiques des plans standards dans le sens parallèle à la trace d'usure, DG : Direction de glissement, sens parallèle à la trace d'usure. DF : fabrication, Z

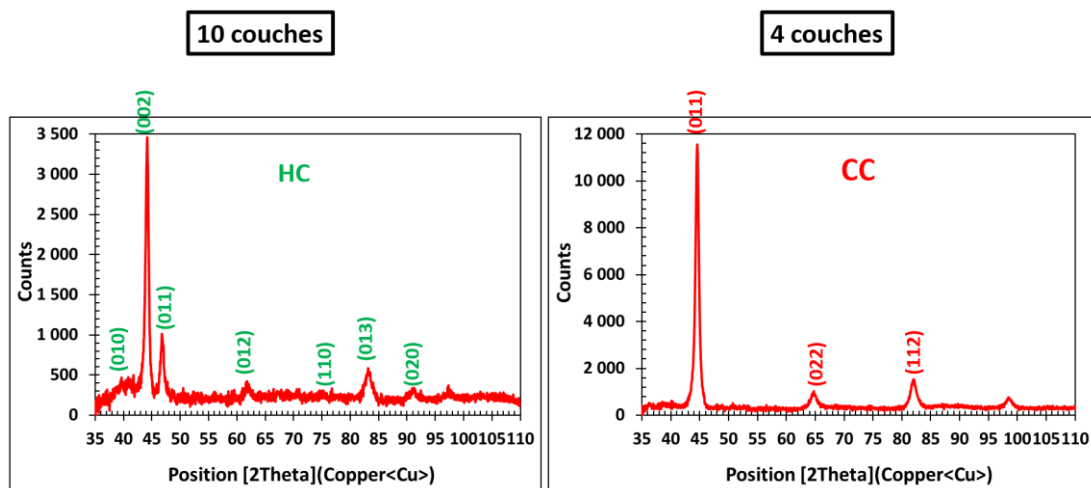


Figure IV. 26 : Diagrammes DRX des cas 4 couches et 10 couches au niveau de la surface de la trace d'usure

2.2.2. Détails concernant la texturation de la phase HC du cas 10 couches

La texturation de la phase HC peut être quantifiée via l'indice de texturation T^* appelé aussi coefficient de texturation pour la réflexion hkl. Ceci depuis les intensités des pics de diffraction en DRX réalisée sur la surface d'usure (7 μm d'épaisseur affectée).

L'indice de texturation T^* pour un plan hkl, est calculé via la formule [LEW99] [SHU20] :

$$T^* = \frac{\frac{1}{R_{hkl}} \cdot I_{hkl}}{\frac{1}{n} \cdot \sum_0^n \frac{1}{R_{hkl}} \cdot I_{hkl}} \quad (\text{Eq 4.4})$$

$T^*=1$ signifie que la texturation est absente pour le plan en question

Dans la fiche JCPDS de référence pour une poudre cobalt HC isotrope à grains fins, le classement des pics diffractés du plus intense au moins intense est le suivant (011) puis (002) et (010) avec (011) à $R=100\%$, (002) à $R=27,7\%$, (010) à $R=25,5\%$, R étant la référence standard (aléatoire) de l'intensité du pic hkl . En appliquant la formule du T^* sur le cas des plans (002) de la phase HC (Figure IV. 26), on trouve:

$$T^*_{002_{HC}} = \frac{\frac{1}{27,7\%} \cdot 2154}{\frac{1}{3} \cdot \left(\frac{1}{27,7\%} \cdot 2154 + \frac{1}{100\%} \cdot 502 + \frac{1}{25,5\%} \cdot 203 \right)} = 2,57$$

La valeur de l'indice de texturation T^* de la phase HC à partir du plan basal (002) indique une texturation de cette phase après essais tribologiques en surface de la zone sollicitée tribologiquement. Ceci parallèlement à la direction de glissement.

Si l'on s'intéresse à la texturation de la phase HC dans l'épaisseur de la zone affectée par la sollicitation tribologique, nous devons regarder les valeurs de MUDmax et du J-Index. La Figure IV. 24 donne un MUDmax de 7.41 (depuis les figures de pôles des plans (0001) dans le plan (XZ)) qui confirme une forte texturation de la phase HC. La valeur de J-Index pour l'ensemble de la phase HC dans toute l'épaisseur de la zone affectée par la sollicitation tribologique (simulation avec Channel 5) est égal à 3,94. Comme noté précédemment, cette texturation s'opère, ici, suivant un angle de $41,9^\circ \pm 3,7^\circ$ par rapport à la direction de fabrication.

2.3. Évolution des propriétés des grains dans l'épaisseur du revêtement après sollicitation en frottement

Nous allons estimer, à présent, l'impact de la sollicitation tribologique sur la déformation plastique à l'échelle des grains. Ceci, sous la surface d'usure et pour les deux précédents cas 4 couches et 10 couches. Nous allons utiliser les indicateurs KAM et GOS qui sont des indicateurs de désorientation et donc des indicateurs de la déformation plastique locale.

L'indicateur KAM signifie la désorientation locale au niveau du pixel par rapport aux pixels voisins, l'indicateur GOS est l'écart type des différentes orientations à l'intérieur d'un grain par rapport à l'orientation moyenne du grain [WRI11] Ce qui signifie que plus ces grandeurs sont importantes plus la distorsion du réseau l'est aussi.

2.3.1. Étude du cas base cobalt pour la transformation de phase CFC → HC

Nous allons évaluer en comparatif les indicateurs de déformation plastique pour la nouvelle phase HC engendrée par plasticité du cas 10 couches.

Nous présentons sur la Figure IV. 27 l'évolution de la valeur moyenne du GOS de la phase HC dans l'épaisseur du revêtement à 10 couches depuis la surface d'usure vers l'intérieur du revêtement. Nous rapportons sur le même graphe l'évolution de la teneur massique moyenne en fer. Les mesures sont faites sur des tranches d'analyses rectangulaires qui font $11,25 \mu\text{m}$ d'épaisseur et $600 \mu\text{m}$ de largeur, soit toute la largeur de la cartographie.

Le GOS en valeur moyenne est supérieur à 4° sur les premiers 20 µm de la zone affectée par la déformation plastique (Figure IV. 27). Cette épaisseur est celle pour laquelle la transformation CFC→HC est complète. Certains grains dans cette région ont des valeurs de GOS supérieures à 5°.

Plus on s'éloigne de la surface, plus les valeurs moyennes de GOS des grains HC indexés diminuent. Nous mesurons une valeur moyenne de GOS de 1,63 à 100 µm de la surface. Après 120 µm de profondeur, nous remarquons une légère ré-augmentation du GOS sachant que la proportion des grains HC est très faible dans cette région. Nous pensons que les valeurs de GOS ne sont peut-être pas représentatives de la déformation plastique sous sollicitations tribologiques dans cette zone.

Excepté les 20 premiers µm, dans toute la zone affectée par la transformation de phase CFC→HC, cette transformation suit le grain initialement CFC et son orientation, qui est la direction de croissance liée au procédé SLM. Ainsi quand la surface du grain CFC est affectée par la déformation plastique, tout ou une partie du grain transforme sa phase. Nous rappelons que les grains de la nouvelle phase HC créée sont de taille fine (diamètre entre 4,37 µm et 30,45µm) et épousent la même forme que celle de la phase mère CFC, à savoir colonnaire et inclinée.

Par rapport à des études traitant de problématique de déformation plastique sous sollicitations mécaniques, des auteurs [ZHA21] montrent que la valeur du GOS décroît au fur et à mesure qu'on s'éloigne de la zone de contact fortement déformée plastiquement après une opération de sertissage. Ils rajoutent que la valeur du GOS ne décroît pas de manière monotone. Ils montrent que certains grains ayant des valeurs élevées de GOS ne sont pas automatiquement situés en zone de contact qui a théoriquement la déformation la plus sévère. Enfin, ils considèrent dans leur étude qu'une population de grains avec des valeurs de GOS supérieures à 8° reflète une déformation plastique très sévère.

Nous ne devons pas exclure la possibilité que les grains non indexés près de la surface d'usure aient des valeurs de GOS supérieures à 8° attribuables à une densité de dislocations importante.

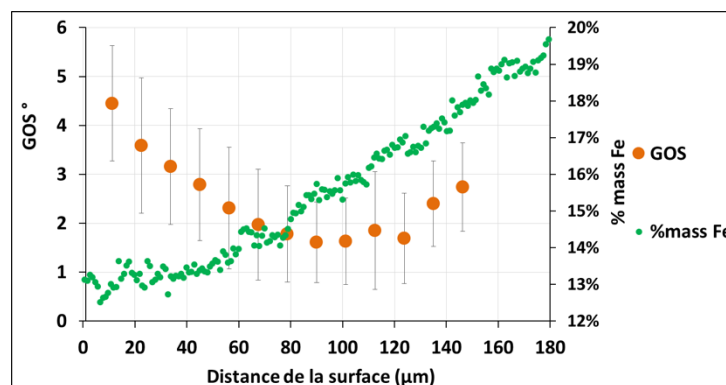


Figure IV. 27 : Évolution de la valeur moyenne de GOS pour la phase HC dans l'épaisseur corrélée à l'évolution de la teneur massique moyenne de fer d'un revêtement à 10 couches sous sollicitation tribologique

Nous présentons en Figure IV. 28 la cartographie KAM pour la phase HC. L'évolution du KAM d'une manière comparative suit approximativement la même tendance que pour celle de GOS excepté éventuellement les 20 premiers µm pour lesquels la proportion des zones non indexées est importante. Nous montrons sur la même figure la cartographie KAM pour la phase CFC dans l'épaisseur du revêtement 10 couches, ce qui permet d'observer que la distorsion du réseau est moins importante pour la phase CFC que HC car la valeur de KAM est plus faible concernant la phase CFC que HC. Nous notons également qu'il n'y pas de différence remarquable de distribution des KAM pour la phase CFC

dans l'épaisseur contrairement à HC puisque les valeurs de KAM ne varient qu'entre 0,2° et 2° pour la phase CFC alors qu'elles varient entre 0,2° et presque 4° pour la phase HC.

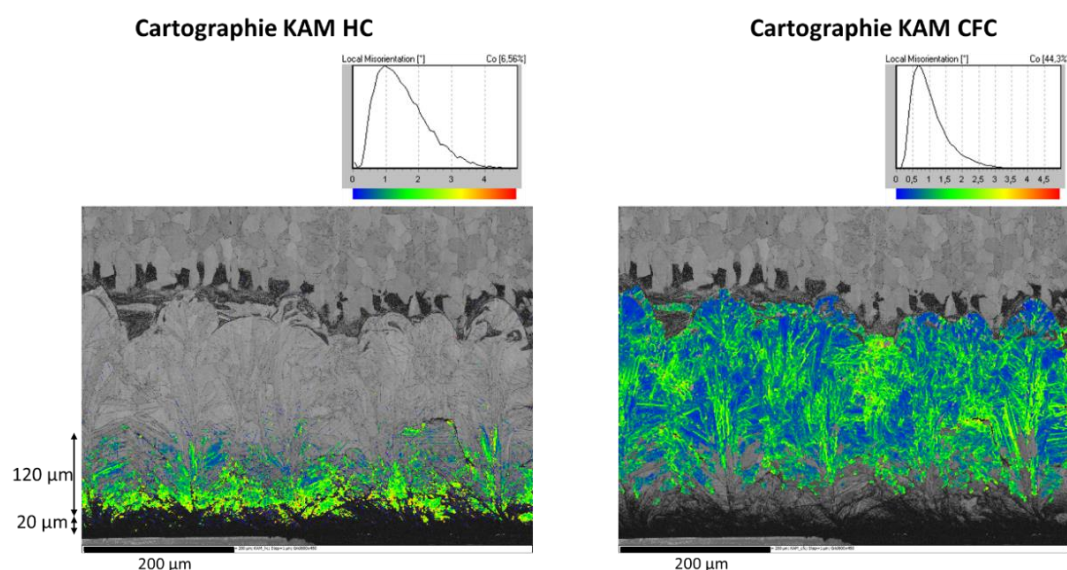


Figure IV. 28 : Cartographie KAM pour les phases HC et CFC dans l'épaisseur du revêtement à 10 couches après sollicitations tribologiques

2.3.2. Étude du cas base fer pour la transformation de phase CFC → α'CC

Nous présentons ici le cas du revêtement à 4 couches pour lequel la composition du revêtement contient ~75% en moyenne de fer au niveau de la surface de la trace d'usure. Nous allons évaluer les distributions des indicateurs GOS et KAM pour la phase α'CC. La microstructure obtenue après usure était complètement martensitique α'CC dans toute l'épaisseur du revêtement. Cette phase est très dure (~650Hv) et nous avons relevé la même dureté sur toute l'épaisseur du revêtement, ZAT comprise.

Nous montrons en Figure IV. 29 l'évolution de la valeur moyenne du GOS de la surface de la trace d'usure vers l'interface substrat/revêtement tout en indiquant le profil de teneur massique moyenne en fer. Comme pour le cas 10 couches, les mesures se font sur des tranches d'analyses rectangulaires qui font 5µm d'épaisseur et 400µm de largeur, soit toute la largeur de la cartographie.

Du côté du revêtement usé, la phase α'CC est la phase présente en grande majorité. La valeur moyenne du GOS est égale à $3,23^\circ \pm 1,15^\circ$. Contrairement au cas 10 couches, la valeur de GOS est constante dans tout le revêtement qui fait $167 \pm 9,85 \mu\text{m}$ d'épaisseur après usure, mis à part les 5 premiers µm qui montrent une valeur (mais avec beaucoup de dispersion) légèrement supérieure.

Les calculs montrent que du côté du revêtement non usé, la valeur moyenne de l'indicateur GOS est égale à $2,94^\circ \pm 1,25^\circ$ pour la phase α'CC et elle est égale à $1,33^\circ \pm 1,02^\circ$ pour la phase CFC. Les grains de cette phase CFC seraient donc moins distordus que ceux de la phase martensitique α'CC.

Selon les valeurs de GOS dans la zone usée et hors trace d'usure, nous constatons donc qu'il n'y a pas de distorsion supplémentaire significative de la phase α'CC qui se manifeste après sollicitations tribologiques. Ceci vient corroborer l'idée qu'une phase très dure initialement de type α'CC a du mal à s'écrouir après sollicitation en frottement.

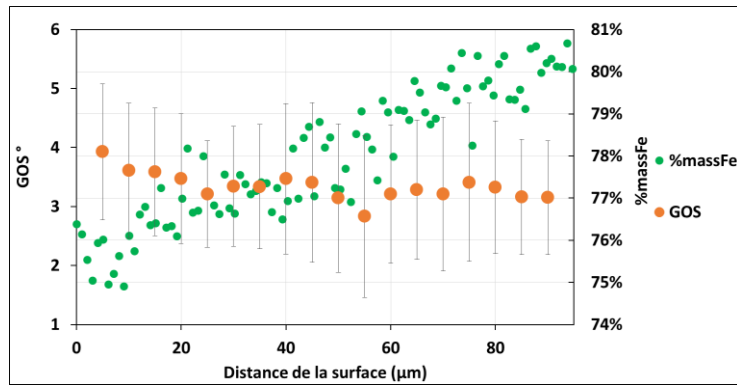


Figure IV. 29 : Évolution la valeur moyenne du GOS pour la phase α' CC dans l'épaisseur sous la trace d'usure corrélée à l'évolution de la teneur massique moyenne en fer pour un revêtement à 4 couches sous sollicitation tribologique

Nous présentons en Figure IV. 30 les cartographies KAM des revêtements après sollicitations tribologiques (afin d'illustrer la distribution des désorientations dans l'épaisseur du revêtement à 4 couches). En comparant les valeurs de KAM de la phase α' CC pour 4 couches à celles de la phase HC pour 10 couches, nous relevons sur les histogrammes des désorientations que le pic est atteint vers $2,5^\circ$ pour le cas 4 couches, tandis qu'il est vers 1° pour le cas 10 couches. Les grains de la phase α' CC présentent toujours un niveau de distorsions supérieur à ceux de la phase HC qui sont obtenus après sollicitations tribologiques.

Nous comparons maintenant sur la Figure IV. 31 les valeurs de KAM de la phase α' CC sur toute l'épaisseur du cas 4 couches et celle localisée au niveau de la ZAT pour le cas 10 couches. Nous constatons que le pic est atteint vers $2,5^\circ$ pour les deux cas de figure. Les grains de la phase α' CC sont donc distordus avec le même niveau de distorsion entre la ZAT et le reste du revêtement.

Nous soulignons que les valeurs du KAM sont nettement inférieures pour la phase CC ferrite du substrat que celle du revêtement qui est martensitique α' .

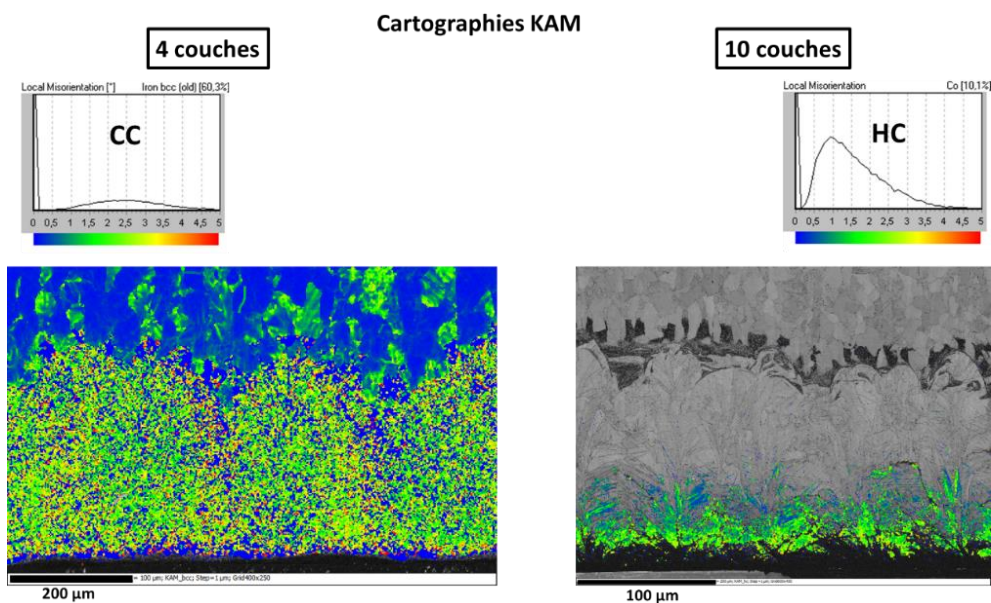


Figure IV. 30 : Cartographies KAM des revêtements 4 couches et 10 couches au niveau de la trace d'usure concernant les phases α' CC et HC respectivement

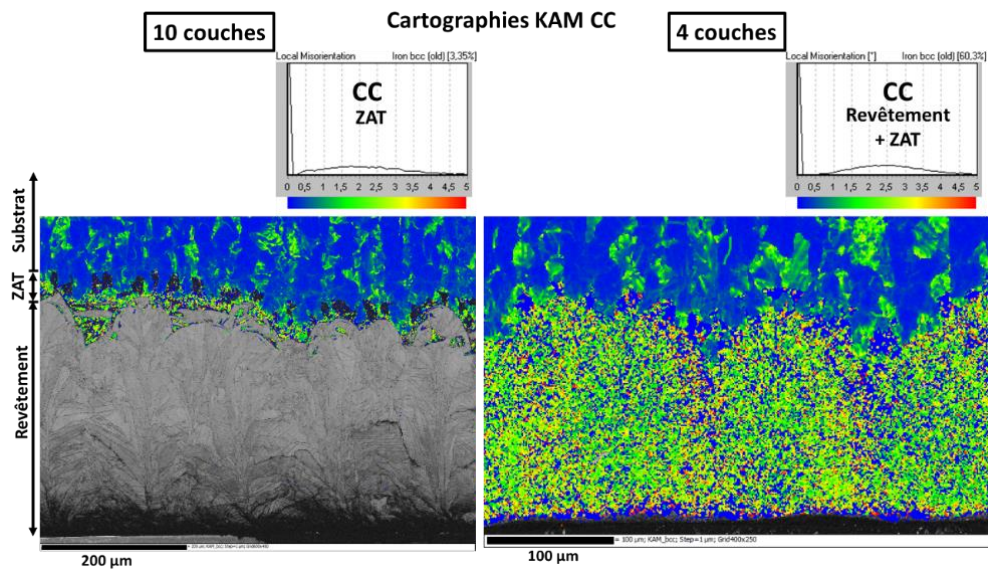


Figure IV. 31 : Comparaison entre la distribution des désorientations KAM de la phase CC dans le cas 4 couches sur toute l'épaisseur du revêtement et le cas 10 couches localement au niveau de la ZAT

PARTIE 2 : RESULTATS DE FATIGUE EN FLEXION 4 POINTS

Le mode de sollicitation en flexion 4 points génère un gradient de contrainte au niveau de l'éprouvette sollicitée dont la contrainte maximale est en extrême surface située entre les deux points d'appui de la force F . Pour les essais de fatigue en flexion, nous observons deux types d'endommagement : l'endommagement localisé en extrême surface et l'endommagement de la structure. Afin de viser le domaine de l'endurance limitée il est fréquent de solliciter l'extrême surface au-delà de la résistance élastique R_e afin que la structure reste élastique et que seulement l'extrême surface soit plastifiée.

1. Caractéristiques des éprouvettes de flexion 4 points

1.1. Caractéristiques de fabrication :

Nous rappelons que les éprouvettes prismatiques destinées aux essais de flexion ont été usinées à dimensions, puis chanfreinées longitudinalement afin de limiter le risque d'amorçage des fissures sur les arrêtes latérales des éprouvettes (figure II.12 au chapitre 2). Les surfaces ont ensuite été rectifiées longitudinalement pour obtenir une rugosité arithmétique de 0,8 micromètres ; le sens longitudinal de rectification a été retenu pour minimiser l'effet de localisation de contraintes due à la rugosité. Pour cette étude du comportement en fatigue, seuls deux types de revêtement ont été réalisés : un revêtement à 4 couches et un autre à 8 couches. Contrairement aux échantillons tribologiques, nous avons réalisé ces éprouvettes par lots de 3 (Figure IV. 32) ; dans ces conditions, l'intervalle de temps entre chaque couche réalisée était de 52 s.

Comme pour toute l'étude tribologique, le but est de trouver le lien entre la teneur en fer dans le revêtement et les phases cristallines résultantes ainsi que le comportement mécanique, ici la tenue en fatigue pour également identifier les mécanismes d'endommagement pour chaque état microstructural.

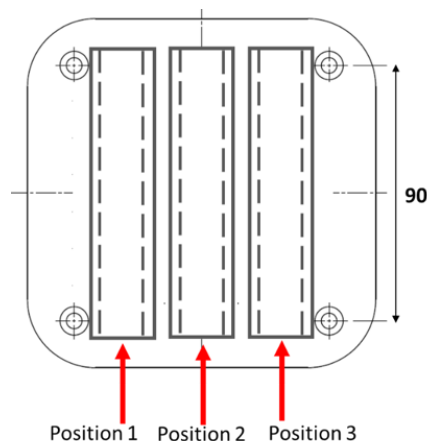


Figure IV. 32 : Schéma des positions des éprouvettes de fatigue sur le plateau de fabrication SLM pour la fabrication des revêtements : configuration pour 3 éprouvettes par fabrication

1.2. Composition chimique et microstructures de revêtements réalisés

Nous rappelons que les mesures EDS ont été réalisées sur quatre fenêtrés de 1mm² réparties dans la zone centrale de la surface utile de l'éprouvette. Nous avons réalisé les mesures DRX sur une zone rectangulaire de surface de 15mmx12mm, également au centre de la surface de la zone utile. La mesure après rupture de l'éprouvette est réalisée dans la même zone (Figure IV. 33).

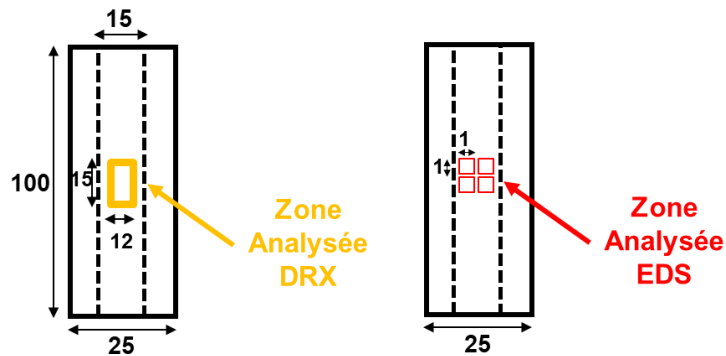


Figure IV. 33 : Schéma de la surface sollicitée de l'éprouvette de fatigue et configuration de la zone analysée par DRX et EDS sur la surface du revêtement.

1.2.1. Teneur massique en fer

Nous avons pu constater que lors d'une même fabrication et suivant la position de l'éprouvette sur le plateau, la teneur en fer en surface n'était pas la même. Cette variation de la teneur en fer en surface suivant la position de l'éprouvette peut être due à un problème de planéité du plateau. De même, d'un lot de 3 éprouvettes à un autre lot, nous avons observé une variation de la teneur massique en fer ; cette autre variation suivant la fabrication peut être due à un problème de quantité de poudre déposée lors de la première couche.

Pour le revêtement à 4 couches, nous avons mesuré des teneurs massiques en fer comprises entre 15 et 65%.

Pour le revêtement à 8 couches, nous avons mesuré des teneurs massiques en fer très faibles : entre 0,20% et 3,82%.

Nous présentons sur le Tableau IV. 2 la teneur massique en fer en surface des revêtements pour chaque fabrication. Nous avons constaté que la dilution du fer était très souvent plus importante pour les éprouvettes positionnées à gauche sur le plateau et plus faible pour les éprouvettes positionnées à droite ; cette différence était d'autant plus marquée pour les revêtements à 4 couches.

Tableau IV. 2 : Teneur massique moyenne en fer en surface des éprouvettes revêtues à 4 et 8 couches de revêtement

Nb de couches	Fabrication	Position 1	Position 2	Position 3
4	1	40,30 ± 3,30	/	15,18 ± 1,52
4	2	46,39 ± 5,24	/	21,26 ± 1,56
4	3	47,76 ± 2,27	31,83 ± 4,57	24,71 ± 1,59
4	4	31,93 ± 1,12	35,02 ± 3,75	/
4	5	64,65 ± 0,71	54,73 ± 3,72	31,93 ± 1,12
8	6	3,82 ± 0,50	1,57 ± 0,06	0,54 ± 0,24
8	7	0,20 ± 0,14	1,59 ± 0,58	1,35 ± 0,12

1.2.2. Microstructure en surface du revêtement

De la même façon, sur un même lot de trois éprouvettes, nous avons pu constater que suivant la position de l'éprouvette sur le plateau, les phases cristallines obtenues n'étaient pas les mêmes. Le Tableau IV. 3 récapitule les mesures de caractérisation microstructurale pour les différents lots de fabrication.

Pour le cas du revêtement à 4 couches, la surface du revêtement est parfois monophasée CFC et parfois biphasée CFC+ α' CC. La Figure IV. 34 illustre l'évolution des taux de ces phases en fonction de la teneur massique en fer mesurée en surface ; nous remarquons que la phase α' CC commence à apparaître à partir d'environ 32% massique en fer. Dans la suite de l'étude, les échantillons pour lesquels la teneur en α' CC résiduelle est inférieure ou égale à 2% ont été regroupés dans la population que nous avons identifiée comme à revêtement monophasé. Par ailleurs, nous n'avons jamais détecté de phase HC : nous expliquons ceci par la teneur massique importante, supérieure à 15%massique.

Pour le cas du revêtement à 8 couches, la surface du revêtement est monophasée CFC avec de la phase HC résiduelle. Nous attribuons la présence de cette dernière à l'intervalle de temps entre la réalisation des couches successives relativement élevé (52s) ainsi qu'une teneur faible en fer à la surface du revêtement (0,20%-3,82%).

Tableau IV. 3 : Phases cristallines initiales au niveau de la surface sollicitée pour 4 couches et 8 couches de revêtement sur éprouvette de fatigue suivant sa position sur le plateau de fabrication

Nb de couches	Fabrication	Position 1			Position 2			Position 3		
		CFC	α' CC	HC	CFC	α' CC	HC	CFC	α' CC	HC
4	1	81%	19%	0 %	97%	3 %	0 %	100%	0 %	0 %
4	2	79%	21%	0 %	98%	2 %	0 %	100%	0 %	0 %
4	3	88%	12%	0 %	100%	0 %	0 %	100%	0 %	0 %
4	4	96%	4 %	0 %	98%	2 %	0 %	100%	0 %	0 %
4	5	44%	56%	0 %	68%	32 %	0 %	98%	2 %	0 %
8	6	97,9%	0 %	2,1 %	97,66%	0 %	2,34 %	97,07%	0 %	2,93 %
8	7	96,77%	0 %	3,23 %	97%	0 %	3 %	97,32%	0 %	2,68 %

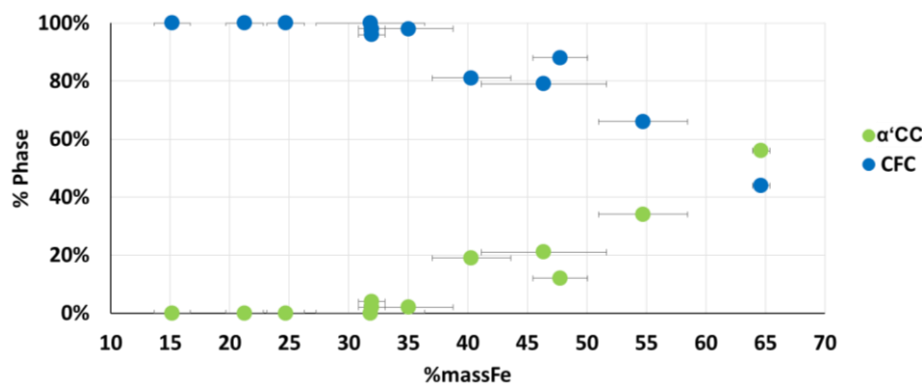


Figure IV. 34 : Evolution du taux des phases CC et CFC en surface du revêtement à 4 couches

1.2.3. Dureté en surface du revêtement

Nous avons réalisé les profils de micro-dureté sur des sections prélevées en extrémité d'éprouvettes, dans les zones non sollicitées (Figure IV. 35).

Les valeurs moyennes de dureté prises dans l'épaisseur des revêtements hors ZAT indiquent que le revêtement le moins dur est le revêtement à 4 couches monophasé CFC en surface ($HV_{0,025}=299$) contenant du fer (~21,26%mass à la surface), ensuite le monophasé CFC à 8 couches ($HV_{0,025}=388$) sans fer (~0,20%mass). Le revêtement le plus dur est le 4 couches biphasé CFC+α'CC ($HV_{0,025}=684$) qui contient une teneur en fer de 40,30%mass en surface. Nous notons que la ZAT dans ce dernier cas de figure n'est pas discernable du reste du revêtement du fait de la dureté très élevée de la surface à l'interface du revêtement.

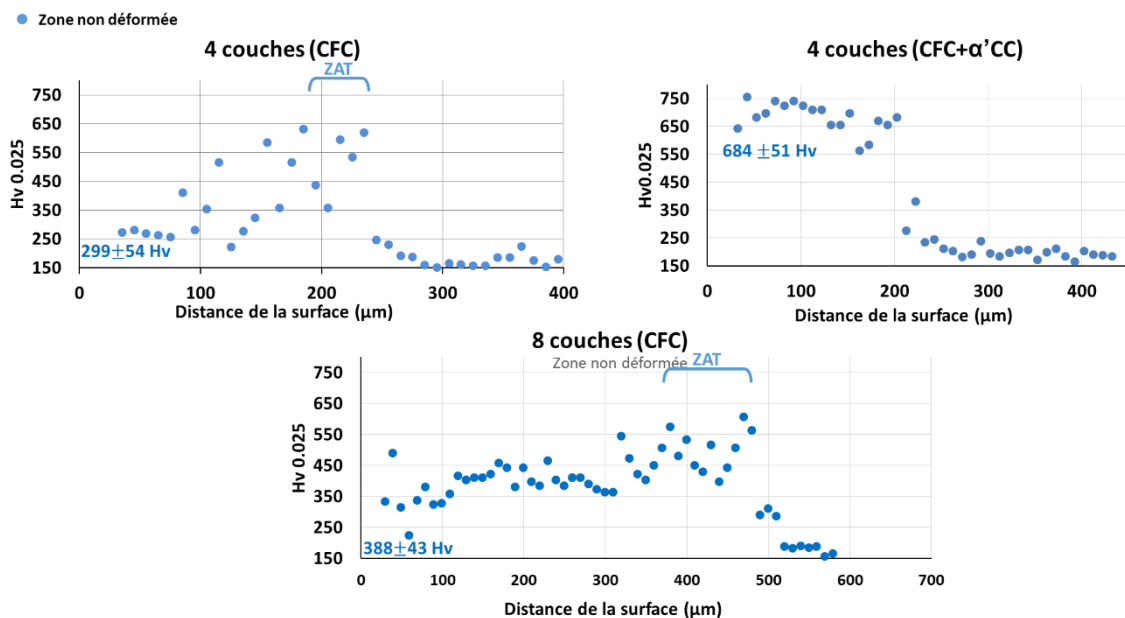


Figure IV. 35 : Profils de microdureté des éprouvettes de fatigue des 3 revêtements : 4 couches CFC, 4 couches CFC+α'CC, 8 couches CFC dans les zones non sollicitées.

2. Résultats des essais de fatigue

Nous rappelons que les campagnes d'essais de fatigue ont été réalisées sur une machine hydraulique MTS modèle 810 en utilisant un montage de flexion adapté aux dimensions des éprouvettes (figure II.24 du chapitre 2). Au préalable de la réalisation des essais, le PID de la machine a été réglé et adapté au montage à basse fréquence et basse contrainte : les essais sont réalisés avec une fréquence de sollicitation de $f=20$ Hz avec un rapport de charge $R_\sigma = 0,13$. Nous avons limité les contraintes appliquées afin de viser le domaine à grand nombres de cycles entre 10^5 et 10^7 cycles pour le substrat brut.

Chaque essai a fait l'objet d'une surveillance durant les 1000 premiers cycles afin de contrôler le niveau réel de la consigne et de détecter d'éventuelles vibrations qui auraient pu provoquer le déplacement de l'éprouvette hors de ses appuis.

2.1. Courbes de Wöhler

2.1.1. Pour le matériau de base C45

Une première série d'essais, sous un rapport effectif de 0,13, menée sur des éprouvettes usinées avec une rugosité arithmétique $R_a=0,8\mu\text{m}$ et non revêtues, a été réalisée afin d'avoir la référence comportementale du substrat d'acier C45. La Figure IV. 36 présente les résultats obtenus dans un diagramme de Wöhler $N_R - \sigma^{alt}$. Ces résultats sont jugés en accord avec ceux produits par Poncelet [PON07] pour le même état métallurgique (ferrito-perlitique). Ces derniers correspondent à des essais conduits sous le rapport de charge -1 en traction cyclique. Au passage, nous remarquons l'effet de la contrainte moyenne d'essai sur la limite d'endurance : Poncelet a estimé la limite d'endurance par la méthode Staircase à 262 MPa ; quant à nous, nous estimons cette limite d'endurance sous le rapport de contrainte 0,13 à 238 MPa. Nous constatons au passage que cet effet diminue avec le niveau de contrainte appliquée : lorsque la contrainte maximale d'essai se rapproche de la limite d'élasticité, cet effet diminue.

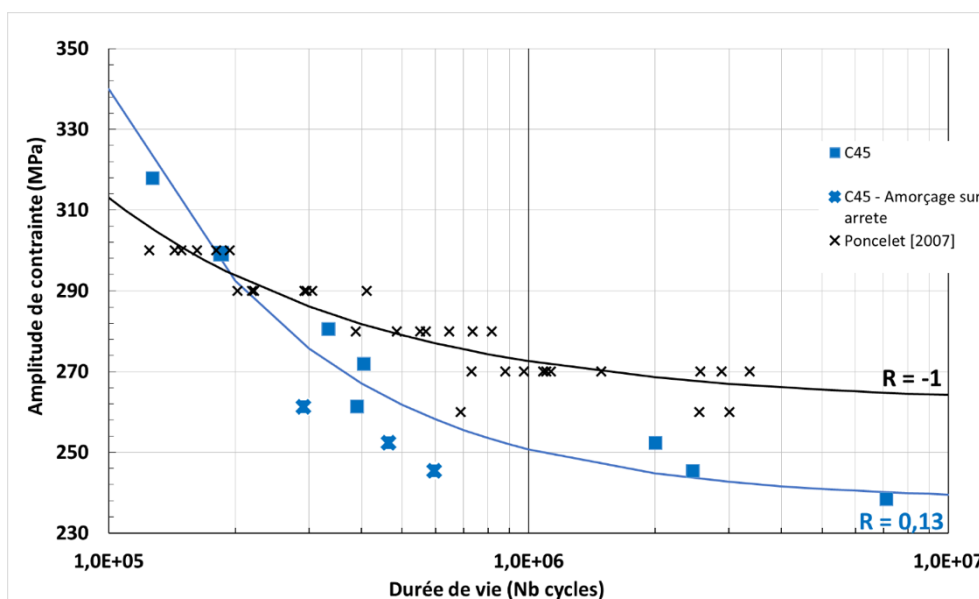


Figure IV. 36 : Courbe de fatigue de l'acier C45 en flexion 4 points ($R_\sigma = 0,13$), pour une rugosité $R_a=0,8\mu\text{m}$, comparée à la littérature pour des rapports de $R_\sigma = -1$.

2.1.2. Pour le matériau revêtu avec 4 couches SLM

Dans ce qui suit, les résultats des essais seront représentés dans des graphes exprimant la durée de vie NR en fonction de la contrainte maximale générée en surface du revêtement ; ce choix nous permettra de faire plus facilement le lien avec les résultats obtenus et les analyses réalisées dans le cadre des essais tribologiques.

La Figure IV. 37 montre les résultats de fatigue obtenus sur les éprouvettes revêtues à 4 couches. Sur ce graphe, nous avons reporté les résultats obtenus pour le substrat brut C45. Deux types de microstructures de revêtement ont donc été testées : l'une monophasée CFC (points noirs), l'autre biphasée CFC+ α' CC (points orange). A première vue, nous pouvons imaginer deux courbes de fatigue distinctes de par leur pente et surtout décalées très à gauche par rapport à la courbe de fatigue du substrat.

Pour le niveau de contrainte maximale de 731 MPa, l'abatement de la durée de vie est de 88,2% lorsque la microstructure du revêtement est biphasée et de 68,8% pour une microstructure de revêtement monophasée. A 575 MPa, cet abatement devient respectivement de 75,3% et 84,6%. Cet abatement peut être attribué à la différence de microstructure ainsi qu'à la rugosité importante à la surface du revêtement qui a atteint un niveau moyen de 8 microns, niveau de rugosité par ailleurs couramment relevées pour les pièces élaborées par SLM, et dont la géométrie spécifique accentue les effets de concentration de contrainte (Annexe H).

Nous observons une bascule entre ces deux types de microstructure qui semble s'opérer pour un niveau de contrainte maximale de 600 MPa avec un abatement commun de 78%. Les deux types de microstructures sont caractérisés par des pentes des courbes de fatigue différentes : pour la microstructure de revêtement biphasée, nous observons une pente à priori plus faible que celle que l'on observe pour le substrat nu et pour la microstructure monophasée, la pente est plus accentuée que pour le substrat nu. Nous attribuons ce changement de pente et la différence d'abatement qui en découlent à la présence de la phase martensitique α' qui est bénéfique pour la tenue en fatigue à petite charge et au contraire diminue la tenue de fatigue à grande de par sa nature fragile pouvant induire de l'amorçage prématuré de fissurations. Ce type de constat a été fait par Daffos pour des couches nitrurées sur un acier à outils [DAF14].

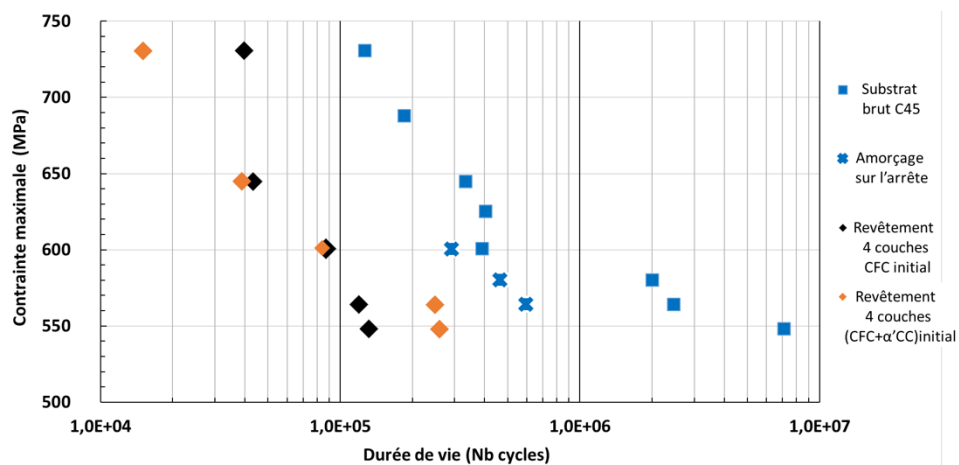


Figure IV. 37 : Courbes de fatigue pour les éprouvettes revêtues à 4 couches comparées à la courbe de référence de l'acier C45 brut

2.1.3. Pour le matériau revêtu avec 8 couches SLM

La Figure IV. 38 montre les résultats de fatigue obtenus sur les éprouvettes revêtues à 8 couches. Comme précédemment, nous avons reporté sur ce graphe les résultats obtenus pour le substrat brut C45. Ici, pas de double population : la microstructure du revêtement est systématiquement monophasée CFC avec un taux de HC résiduelle inférieure à 3%. Comme pour le revêtement à 4 couches, ce revêtement à 8 couches dégrade le comportement en fatigue du bimatériau comparativement au substrat nu. L'abattement en fatigue est de 80,5% à fort niveau de contrainte maximale (730 MPa) et de 75,8% pour un faible niveau de contrainte maximale (575 MPa).

Comme pour les revêtements à 4 couches, nous pouvons attribuer cette dégradation du comportement en fatigue à la micro-géométrie et la rugosité élevée ($R_a=12\text{ }\mu\text{m}$) de la surface mesurée sur les éprouvettes testées.

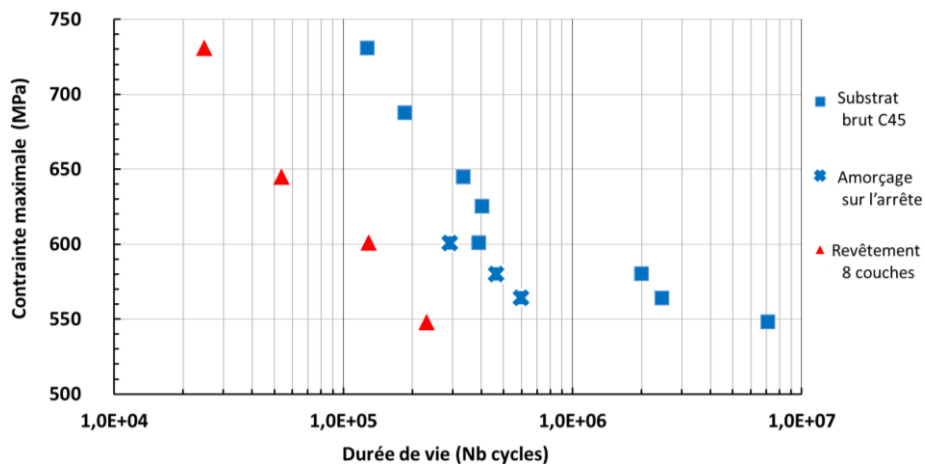


Figure IV. 38 : Courbes de fatigue pour les éprouvettes revêtues à 4 couches comparées à la courbe de référence de l'acier C45 brut

2.1.4. Bilan des essais de fatigue

Nous présentons sur la Figure IV. 39 le bilan de tous les essais et le résultat du traitement de ces données par le modèle de Basquin. Selon la nature microstructurale du revêtement et en considérant les effets de rugosité équivalent, nous obtenons des pentes estimées à -0,194, -0,093 et -0,123 pour respectivement les revêtements 4 couches CFC, 4 couches CFC+ α' CC et 8 couches CFC.

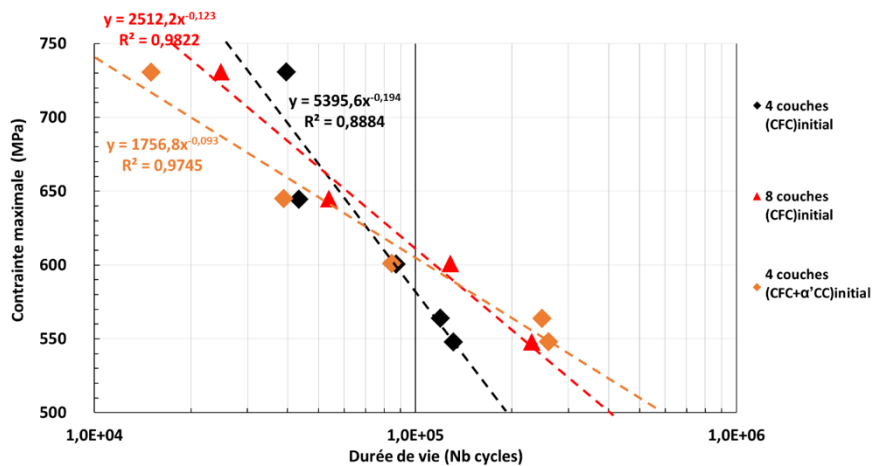


Figure IV. 39 : Comparaison des courbes de fatigue des 3 revêtements

2.2. Dureté et écrouissage

La Figure IV. 40 représente les courbes de filiation de dureté pour les 3 éprouvettes sollicitées à la contrainte maximale de 731 MPa. Ces courbes ont été établies sur des coupes transversales réalisées dans la longueur sollicitée de l'éprouvette. Nous avons reporté sur ces graphes les courbes de filiation de dureté mesurée hors zone utile. Nous constatons que seuls les revêtements à 4 et 8 couches à microstructure initialement monophasée semblent être affectés de ce point de vue, du moins dans les 100 premiers microns.

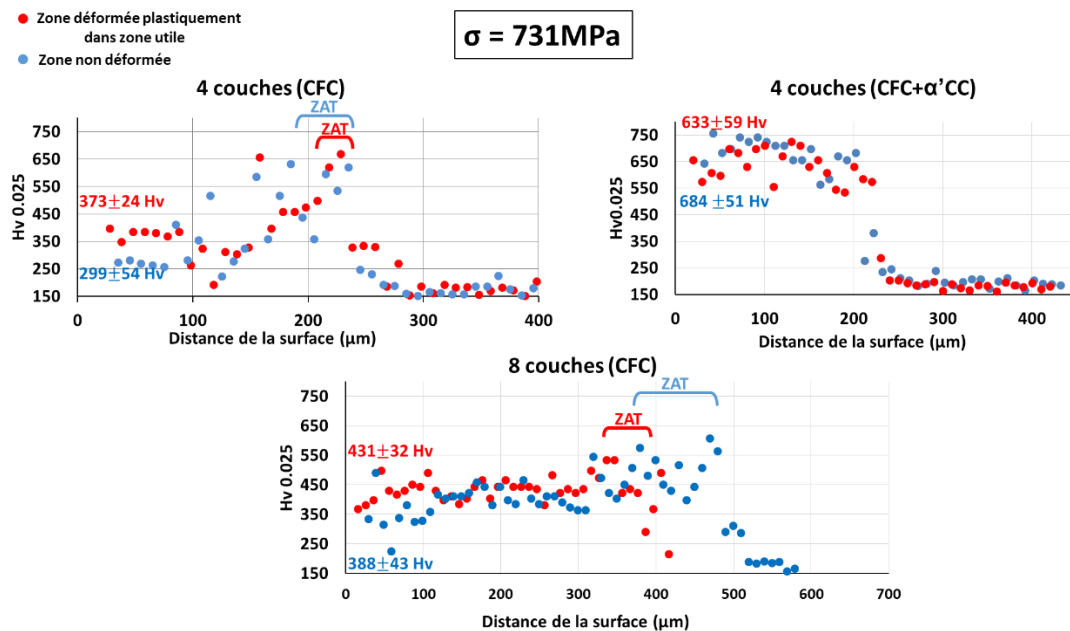


Figure IV. 40 : Profils de microdureté des éprouvettes de fatigues des 3 revêtements : 4 couches CFC, 4 couches CFC+ α' CC, 8 couches CFC

La Figure IV. 41 représente l'évolution de la microdureté moyenne mesurée dans l'épaisseur des zones sollicitées des revêtements en flexion pour l'ensemble des éprouvettes, en fonction de la teneur massique en fer mesurée avant essai sur les surfaces de ces mêmes revêtements. Comme nous pouvons le remarquer, les valeurs sont entachées d'une dispersion importante (8 à 30 mesures suivant l'échantillon). Nous remarquons, en début de courbe, une baisse importante de la microdureté qui est due à l'adoucissement provoqué par la présence de plus en plus importante de fer dans le réseau du cobalt. Puis, nous observons une évolution importante de cette microdureté à partir d'une teneur en fer de 32%, valeur que par ailleurs nous avons identifié très souvent comme marqueur de changements de comportement : à partir de cette valeur seuil de teneur massique en fer, la phase α' CC commence à apparaître.

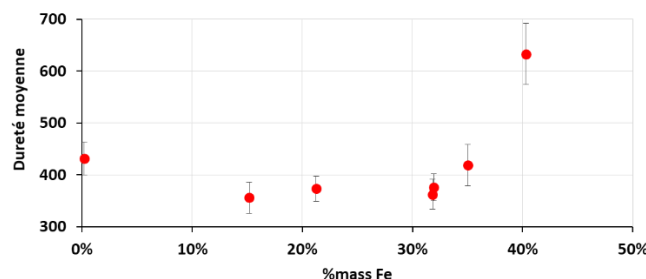


Figure IV. 41 : Evolution de la dureté moyenne en fonction de la teneur massique en fer dans la zone déformée plastiquement des éprouvettes de fatigue

Par ailleurs, nous avons pu constater que la dureté après sollicitation ne pouvait pas être corrélée au niveau de la charge maximale appliquée dans le cas 4 couches monophasé CFC (Annexe I).

2.3. Évolution de la teneur massique en fer et de la microstructure sur la surface sollicitée

2.3.1. Évolution de la teneur massique en fer

Contrairement à l'étude tribologique où il y a enlèvement de matière, nous n'avons pas mesuré la teneur massique en fer en surface des revêtements après essai et nous avons considéré que la composition chimique en surface de l'éprouvette sollicitée ne variait pas après déformation plastique.

2.3.2. Évolution de la microstructure

a. Cas du revêtement à 4 couches

La Figure IV. 42 illustre les transformations induites par le chargement de fatigue. Ces résultats sont issus d'une série de mesures effectuées en surface des éprouvettes, dans la zone sollicitée en flexion, après rupture des éprouvettes. Pour ce type de revêtement à 4 couches, nous avons deux populations en termes de microstructure initiale : soit une microstructure monophasée CFC, soit une microstructure biphasée CFC + α' CC. Dans ces graphes, nous représentons sur l'axe horizontal le niveau de contrainte maximale appliquée sur la surface analysée, et sur l'axe vertical, la quantité de phase induite par la sollicitation. De plus, les points sont affichés avec une étiquette informant sur le taux massique en fer en surface et, dans le cas où la microstructure est initialement biphasée CFC+ α' CC, une seconde étiquette indiquant le taux de phase α' CC initial.

Nous observons que le taux de transformation CFC $\rightarrow$ HC est toujours plus important dans le revêtement monophasé initial CFC que dans le revêtement initialement biphasé CFC+ α' CC pour lequel la teneur massique moyenne en fer en surface de revêtement est toujours plus importante. Ce constat s'accorde avec ce qui est connu de la transformation CFC $\rightarrow$ HC sous sollicitation en fatigue pour les alliages de cobalt [BEN11] : la présence de fer dans le cobalt a pour effet de gêner ce type de transformation par plasticité.

Nous observons également que pour le revêtement initialement monophasé CFC, il n'y a qu'un seul type de transformation : la transformation de phase CFC $\rightarrow$ HC représentée par des points bleus et dont l'intensité augmente avec la contrainte maximale. Il apparaît que cette transformation dépend du niveau de la contrainte maximale et n'est pas corrélée à la teneur en fer dans ce revêtement.

Dans le cas du revêtement initialement biphasé CFC + α' CC, deux types de transformations peuvent apparaître conjointement ou non : la transformation CFC $\rightarrow$ HC (points bleus) et la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC représentée par les points rouges. Nous observons que la transformation CFC $\rightarrow$ HC semble n'être reliée qu'à la teneur en fer dans le revêtement : en deçà d'une valeur seuil de 54%, l'intensité de la transformation semble s'établir entre 2,5% et 4% sans qu'il soit réellement possible d'établir une corrélation avec la teneur en fer. Au-delà de ce seuil de 54%, nous constatons qu'il n'y a plus de transformation CFC $\rightarrow$ HC : la microstructure a basculé d'une base cobalt à une base fer. Nous constatons par contre que l'intensité de la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC dépend fortement de la teneur en fer mais aucune relation avec le niveau de contrainte n'apparaît.

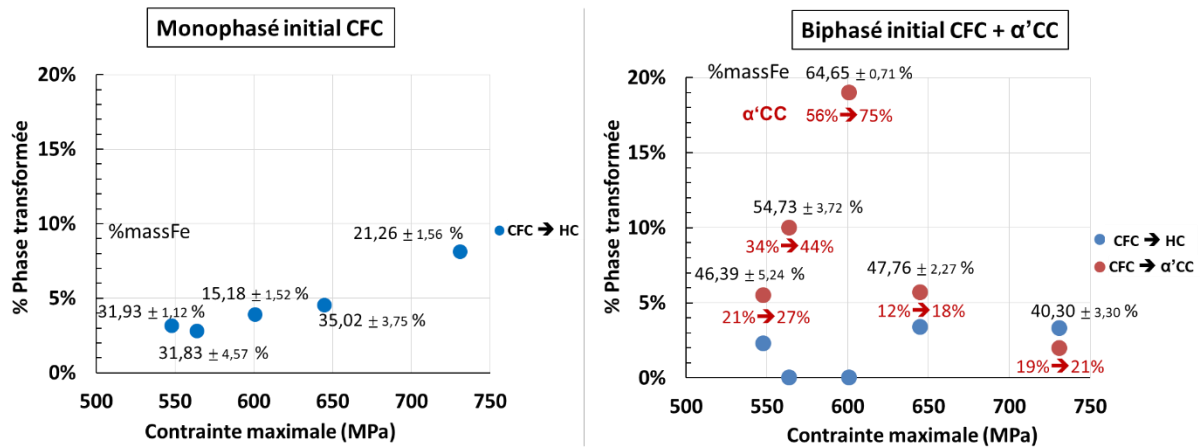


Figure IV. 42 : Transformation de phases CFC → HC et CFC → α'CC dans le cas des 2 populations du revêtement à 4 couches

b. Cas du revêtement à 8 couches

Pour ce revêtement, nous n'avons noté que la seule transformation CFC → HC. La Figure IV. 43 illustre l'intensité de cette transformations induite par le chargement de fatigue dans le cas du revêtement constitué de 8 couches ; nous avons donc également reporté les résultats relatifs à ce type de transformation obtenus pour les revêtements à 4 couches (initialement monophasé et biphasé). Partant de l'hypothèse que cette transformation est pilotée principalement par le niveau de contrainte et non la teneur en fer, l'évolution de l'intensité de la transformation est donc représentée en fonction du niveau de la contrainte maximale de flexion. Cependant nous constatons clairement que finalement la teneur en fer dans le revêtement influe nettement l'intensité de cette transformation : pour les revêtements à 4 couches, la teneur en fer est relativement importante voir très importante (de 15% à 65%) ; pour les revêtements à 8 couches, la teneur en fer est beaucoup plus faible (entre 0,20% et 3,82%) et l'intensité de la transformation est nettement plus importante.

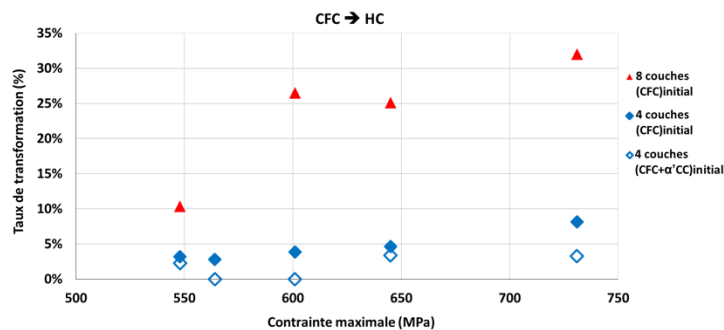


Figure IV. 43 : Taux de transformation de phases CFC → HC dans le cas du revêtement à 8 couches de comparés au cas 4 couches

c. Taux de transformation CFC → HC et teneur massique en fer

Il apparaît donc que tous types de revêtements confondus, le taux de transformation CFC → HC puisse dépendre de la teneur massique en fer dans le revêtement. La Figure IV. 44 illustre finalement assez bien cette tendance. Elle fait également de nouveau apparaître le rôle majeur du niveau de la contrainte appliquée sur ce type de transformation induite par déformation plastique : à iso-valeur de teneur massique en fer, plus le niveau de contrainte est élevé, plus le taux de transformation augmente.

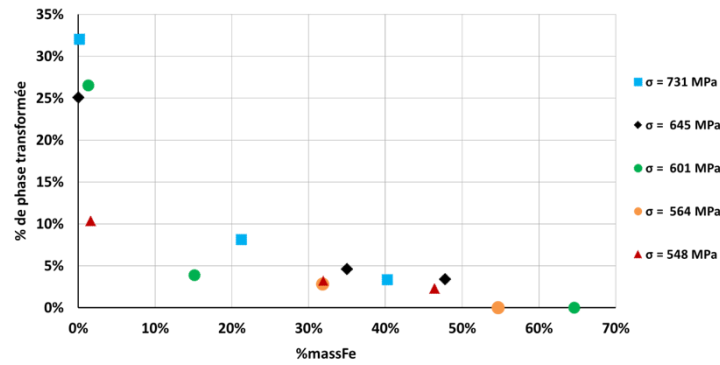


Figure IV. 44 : Taux de transformation CFC $\rightarrow$ HC par sollicitation en fatigue vs teneur en fer en surface pour différentes charges

2.3.3. Évolution du taux de transformation de phase en cours essais

Tout comme pour les essais tribologiques, nous avons mené des essais de fatigue interrompus en vue d'analyser le rythme des transformations de phases constatées à l'issue des essais non interrompus. Nous avons testé les deux niveaux de chargements extrêmes de notre gamme d'essais (731 et 548 MPa) sur les trois types de revêtements : à 4 couches monophasé CFC et biphasé CFC + α' CC ainsi qu'à 8 couches monophasé CFC.

La Figure IV. 45 et la Figure IV. 46 illustrent l'évolution des transformations de phases pour un certain nombre de cas de figure. Sur ces graphes, nous constatons qu'il est possible de distinguer 3 stades :

- Le premier stade correspondant aux premiers cycles (100 cycles), c'est le stade de l'élastoplasticité cyclique avec de l'accommodation et le cumul de plasticité et dans lequel la transformation de phase est plus attribuée à la contrainte statique qu'à un effet de fatigue. Ceci étant donné que les niveaux de sollicitation sont au-delà de la limite élastique théorique du revêtement ($\sigma_e \sim 672$ MPa), en considérant le facteur de concentration de contrainte K_t généré par le niveau de rugosité élevé (annexe G).
- Le deuxième stade correspond à la poursuite du cumul de plasticité qui est la résultante d'un effet de fatigue. La part de ce stade dans la transformation de phase est relativement moins importante par rapport au premier.
- Le troisième stade relatif à la présence de fissures qui concentrent de la contrainte. L'amorçage débute dans les premiers cycles de ce stade et la propagation démarre juste avant que la fissure longue soit de taille observable et ce jusqu'à rupture.

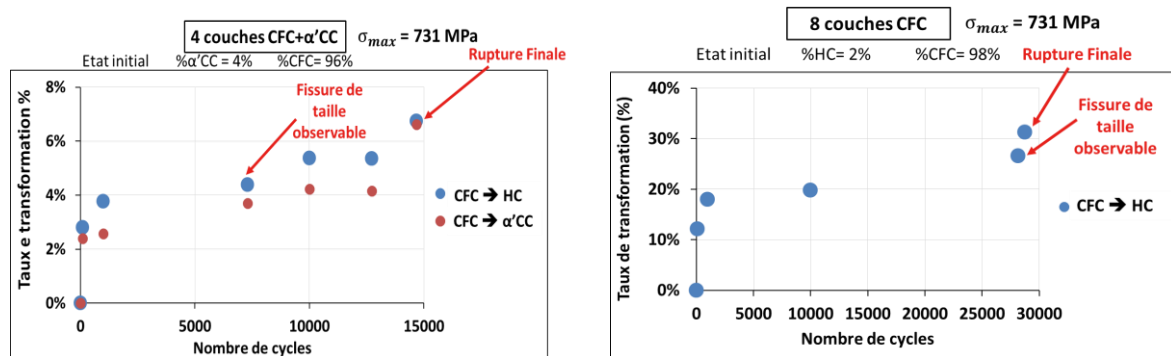


Figure IV. 45 : Evolution du taux de transformation de phase CFC $\rightarrow$ HC et/ou CFC $\rightarrow$ α' CC au cours de la sollicitation à $\sigma_{max}=731$ MPa – Cas du revêtement à 4 couches biphasé et 8 couches monophasé

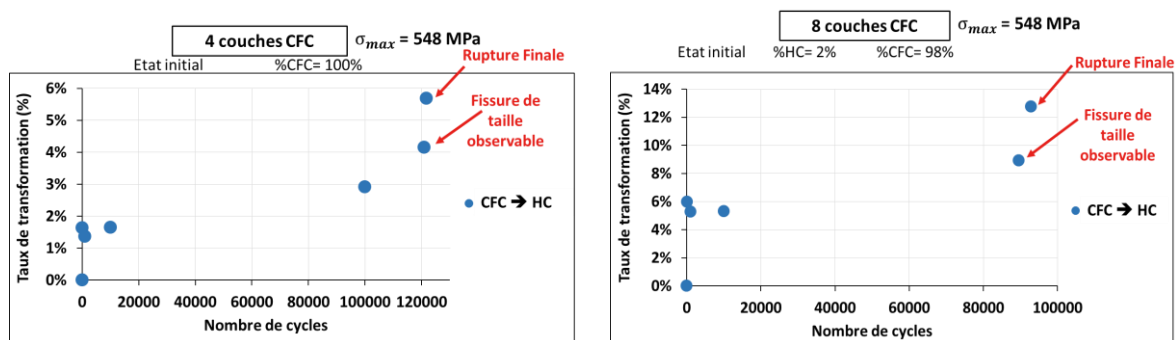


Figure IV. 46 : Evolution du taux de transformation de phase CFC → HC et/ou CFC → α'CC au cours de la sollicitation à $\sigma_{max}=548\text{MPa}$ – Cas du revêtement à 4 couches monophasé et 8 couches monophasé

2.3.4. Analyses EBSB et EDS des modifications microstructurales induites par le chargement de fatigue

Nous avons montré qu'à une échelle globale la transformation de phase induite par plasticité est en partie due à l'amorce et la croissance de fissures autour desquelles est théoriquement localisé un champ de contrainte important, en particulier en pointe de fissures.

Afin de comprendre la transformation de phase induite par fatigue à l'échelle des grains, nous avons procédé à des analyses EBSD sur deux échantillons revêtus de 4 couches, l'un à microstructure monophasée sollicité à $\sigma_{max}=731\text{MPa}$ et l'autre à microstructure biphasée et sollicité à $\sigma_{max}=601\text{MPa}$.

a. Nature des phases et orientations cristallographiques

La Figure IV. 47 représente une cartographie EBSD près du facies de rupture d'une éprouvette sollicitée à $\sigma_{max}=731\text{MPa}$ au niveau de la surface du revêtement. L'analyse DRX a indiqué 8,12 % de transformation CFC → HC (sur une surface d'analyse de 12mm×15mm). La Figure IV. 48 présente quant à elle la cartographie d'orientation - configuration figures de pôles inverses IPF - pour la phase mère CFC également réalisée à proximité de la section de rupture. Pour les deux cartes, nous montrons un grossissement au niveau du facies de rupture près de la surface du revêtement.

Ces cartographies nous permettent de constater que :

- Sachant le revêtement initialement CFC, la transformation de phase CFC → HC par sollicitation en fatigue se produit partiellement dans toute l'épaisseur du revêtement à partir des grains initiaux CFC. Cette transformation est plus intense au voisinage immédiat de la fissure donc au niveau du facies de rupture. La transformation de phase CFC → α'CC est difficile à mettre en évidence mais à un niveau plus proche du substrat, dans lequel la teneur en fer est théoriquement plus importante, les grains α'CC sont très présents près du facies de rupture. La forme des grains HC qui se forment est proche de celles de bandes de glissement.
- Le revêtement se comporte comme une base cobalt jusqu'à une certaine épaisseur (~100μm) à partir de la surface. Dans cette zone, la transformation CFC → HC se produit et qui est due en partie au 1^{er} et aussi au 2^{ème} stade de sollicitation suite au niveau de contrainte appliquée au-delà de la limite élastique et aussi le cumul de plasticité. La transformation est accentuée par l'amorce de fissures (durant le 3^{ème} stade) aux voisinages desquelles se forment des grains HC. Ceci est probablement dû au fort niveau de contraintes en pointe de fissures (niveau de plasticité très élevé).

- Plus proche du substrat, le revêtement se comporte plutôt comme une base fer qui peut subir de la transformation $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$. Nous observons que l'étendue de la phase $\alpha'\text{CC}$ engendrée par fatigue est plus importante que celle de la phase HC. Les cartes IPF permettent de montrer que la forme des grains de la phase initiale CFC est de même type que ce que nous avons obtenu sur les revêtements sur disques de tribologie. A savoir un joint de grains qui croit au milieu d'une passe laser dans le sens de la direction de fabrication correspondant à une croissance épitaxiale des grains dans le sens inverse du flux thermique. Nous n'observons aucune déformation visible des grains CFC. Par ailleurs, nous constatons que la création des nouveaux grains HC se fait principalement par l'activation des mouvements des dislocations sur les plans (111) de la phase mère CFC. Ceci est en corrélation avec les énoncés de Nishiyama pour le cobalt et ses alliages [NIS78] et déjà trouvé dans la littérature pour les matériaux CFC [TUO14].

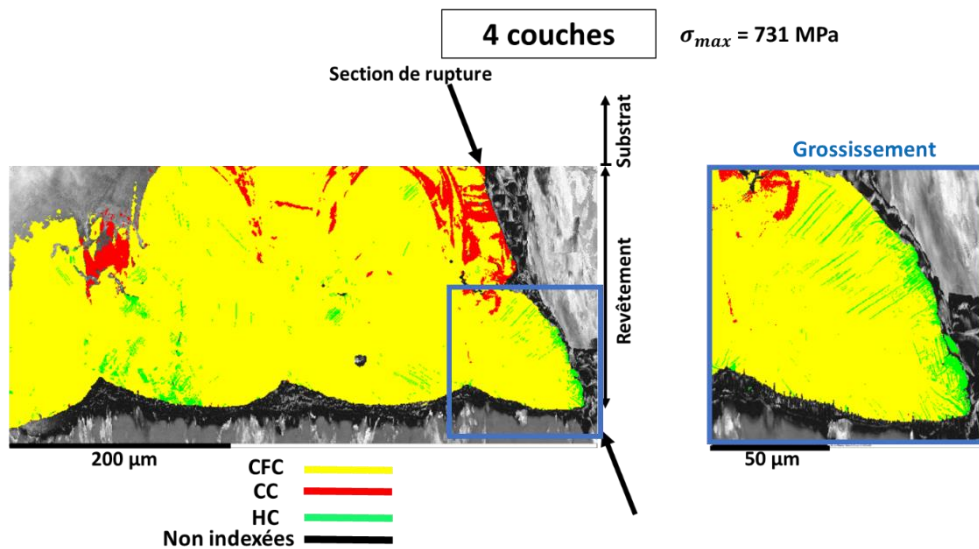


Figure IV. 47 : Cartographie EBSD à proximité de la section de rupture
Revêtement à 4 couches monophasé CFC - $\sigma_{max} = 731 \text{ MPa}$

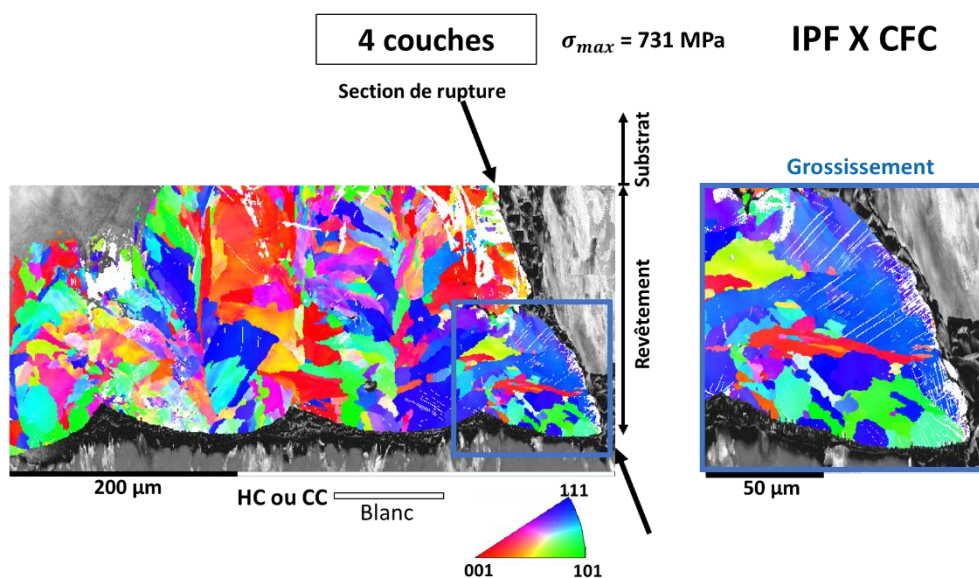


Figure IV. 48 : Cartographie d'orientation IPF X CFC à proximité de la section de rupture
Revêtement à 4 couches monophasé CFC - $\sigma_{max} = 731 \text{ MPa}$

Le schéma de la Figure IV. 49 établi pour le voisinage de la section de rupture, permet de relier la présence des différentes phases à la teneur massique en fer. Nous observons que la transformation de phase CFC→HC est complète pour des teneurs massiques en fer allant jusqu'à ~35% ; elle est inexistante pour des teneurs en fer supérieure à 35%. Au-delà d'environ 50% de fer, c'est la phase α' CC qui est la plus présente avec une étendue plus marquée. Nous constatons que sur l'épaisseur du revêtement, environ 220 microns, la contrainte macroscopique (hors considération d'éventuelle concentration de contrainte) ne varie pas significativement (de 731MPa à 698MPa respectivement). Nous pouvons donc considérer que les transformations de phases sont plus pilotées par la teneur massique en fer dans le revêtement que par le niveau de contrainte qui lui est appliqué.

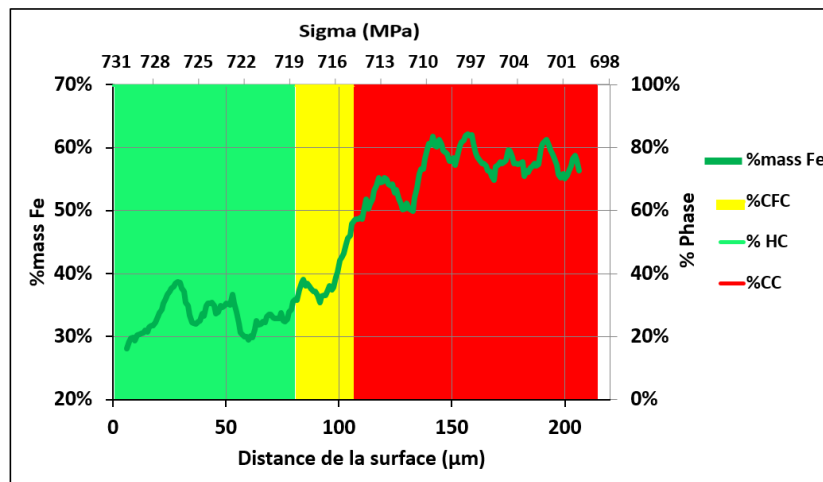


Figure IV. 49 : Répartition suivant la profondeur des phases CFC, HC et α' CC au voisinage de la section de rupture en fonction de la teneur en fer et du niveau de contrainte globale dans l'épaisseur

b. Texturation

La Figure IV. 50 illustre les figures de pôles établies pour la phase HC formée sous sollicitations de fatigue. La zone étudiée se situe à proximité de la section de rupture pour le revêtement 4 couches initialement monophasé CFC sollicité à une contrainte maximale $\sigma_{max}=731$ MPa.

Nous constatons que les grains de la phase HC induite par fatigue sont texturés aux alentours du faciès de rupture suivant le plan (0001) qui est le plan basal. Cette texturation est relativement marquée ($MUD_{max}\sim 55$) et ne se fait pas suivant la direction de la contrainte ni à celle de fabrication, mais par rapport à un angle qui fait 63° par rapport à la direction de la contrainte appliquée. Ces estimations sont données par Channel 5.

La Figure IV. 48 montrait que les grains de la phase HC sont longitudinaux et orientés perpendiculairement au faciès de rupture. Ils font un angle moyen (entre 30° et 45° par rapport à X) sachant que le faciès fait un angle changeant entre 50° et 65° par rapport à X.

La texturation se fait donc perpendiculairement à la section de rupture pour les plans basals (0001)HC qui glissent perpendiculairement à celui-ci dans un grain CFC(111). Sous sollicitation en fatigue, la direction de croissance des fissures se fait préférentiellement à travers les plans de glissement les plus denses de la phase CFC qui sont ces plans (111) même sans transformation de phase [GAN10, TUO14]

Sans présenter dans ce document les figures de pôles pour l'ensemble de la cartographie, nous avons noté que la texturation est plus importante au voisinage du faciès que sur le reste du revêtement ($MUD_{max}\sim 55$ et J-Index=7,88 au voisinage du faciès face à $MUD_{max}\sim 18$ et J-Index=5,13 sur l'ensemble du revêtement et donc de la cartographie).

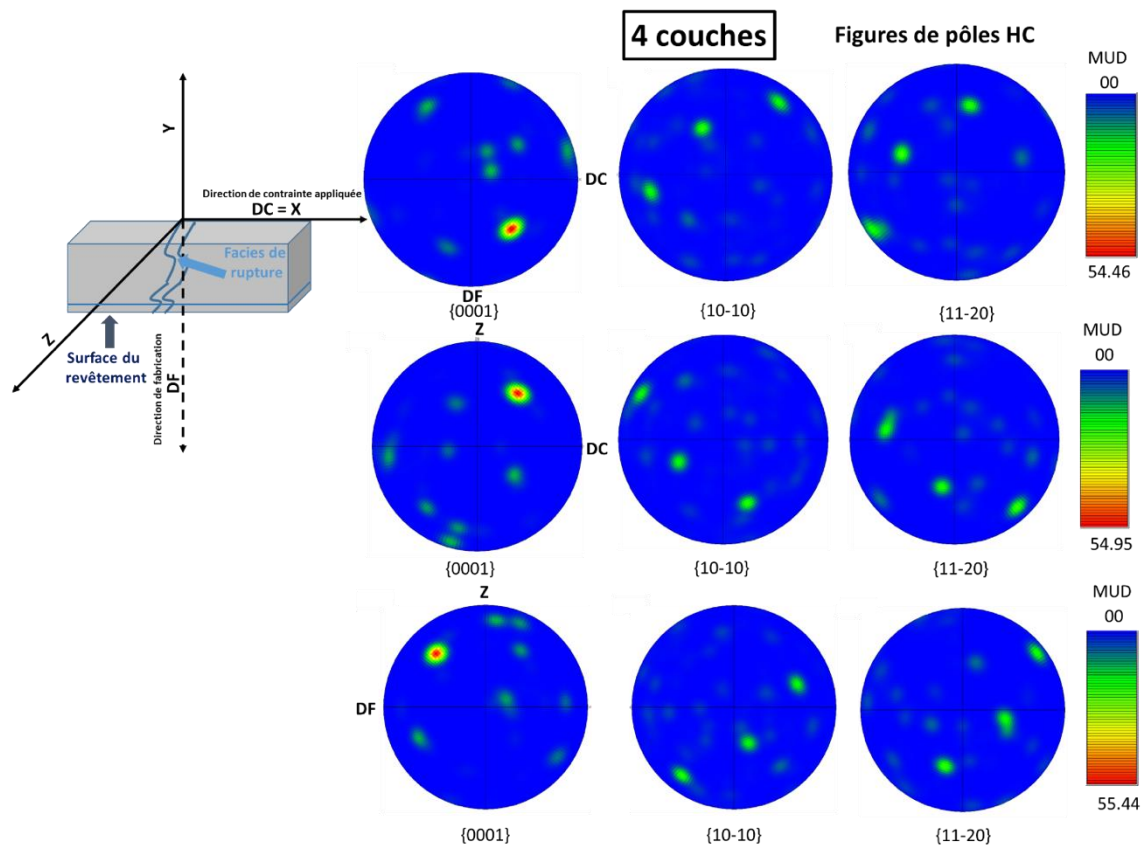


Figure IV. 50 : Figures de pôles dans le cas 4 couches pour la mise en évidence de la texturation des plans de la phase HC, DF : Direction de fabrication, DC : Direction de contrainte appliquée, Z : Normale au plan (DG, DC)

2.4. Évolution des propriétés des grains dans l'épaisseur du revêtement après sollicitation en fatigue

Comme pour la partie tribologique, nous évaluons la déformation plastique induite par fatigue à l'échelle des cristaux par les indices de distorsion du réseau qui sont, d'une manière quantitative : le GOS pour Grain Orientation Spread ainsi que le KAM pour Kernel Angle Misorientation.

Nous allons donner la variation de ces indicateurs de la surface vers l'interface au voisinage de la fissure et non pas dans la globalité de l'épaisseur du revêtement.

Sur la cartographie avec grossissement, nous avons mesuré les valeurs moyennes du GOS sur des tranches qui font 5 μm d'épaisseur et toute la largeur de cartographie. Le suivi de l'évolution du paramètre GOS nous a permis de tracer la courbe de la Figure IV. 51. Cependant ce graphe ne permet pas de conclure sur l'évolution de la déformation des grains dans l'épaisseur mais nous permet toutefois d'observer que la déformation plastique est moins importante au niveau de la phase HC par rapport aux deux phases CFC et α' CC.

Nous notons que la phase martensitique α' CC est par nature dure. En comparant la phase CFC et HC, la déformation plastique a entraîné la formation de la nouvelle phase HC, il est donc normal d'y constater une moindre déformation résiduelle contrairement à la phase CFC qui n'a fait que se plastifier au cours de la sollicitation.

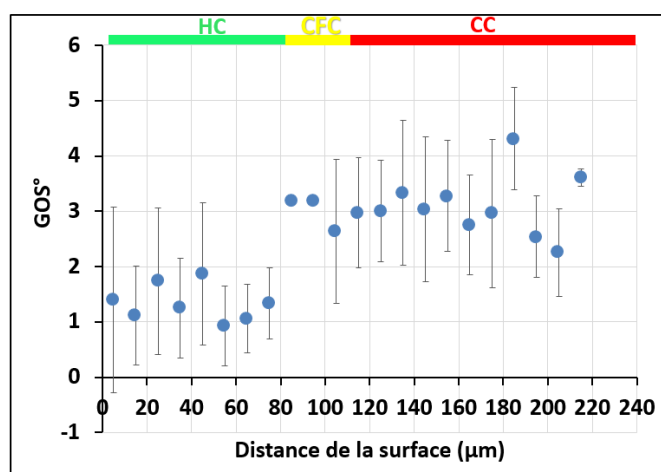


Figure IV. 51 : Evolution de la valeur moyenne du GOS de la surface du revêtement vers l'interface à proximité de la section de rupture – revêtement à 4 couches - $\sigma_{max}=731\text{MPa}$

La cartographie des désorientations KAM (Figure IV. 52) montre qu'aux bords de fissure, à quelques micromètres, les grains de phase HC sont très contraints comparativement au reste du revêtement. Les grains longitudinaux sous formes de bandes de glissement identifiés sur la cartographie EBSD (Figure IV. 47) sont beaucoup moins contraints.

De même, les désorientations KAM pour la phase α' CC en bord de fissure semblent être proches de celles du reste du revêtement. Donc, la déformation plastique sous sollicitation en fatigue dans les grains martensitiques est inchangée aux alentours de la fissure. Ceci est valable que ce soit pour la martensite initialement présente induite par trempe ou celle issue de la transformation de phase par plasticité. Il n'y a donc pas d'écrouissage supplémentaire qui se met en place par fatigue dans la phase martensitique.

Pour un niveau de charge plus faible ($\sigma_{max}=601\text{MPa}$) et dans le cas où la proportion de martensite est initialement très importante (56%) du fait de la teneur en fer élevée (65% massique en surface), l'ensemble du revêtement dans son épaisseur en bord de fissure est martensitique. Nous observons sur la cartographie KAM (Figure IV. 53) que les valeurs sont très proches de ce que nous avons pu mesurer dans le cas de la contrainte élevée $\sigma_{max}=731\text{MPa}$. Ce qui nous permet d'affirmer une fois de plus que la phase martensitique α' CC initialement dure ne s'écrouit pas par fatigue et ce quel que soit le niveau de contrainte appliquée.

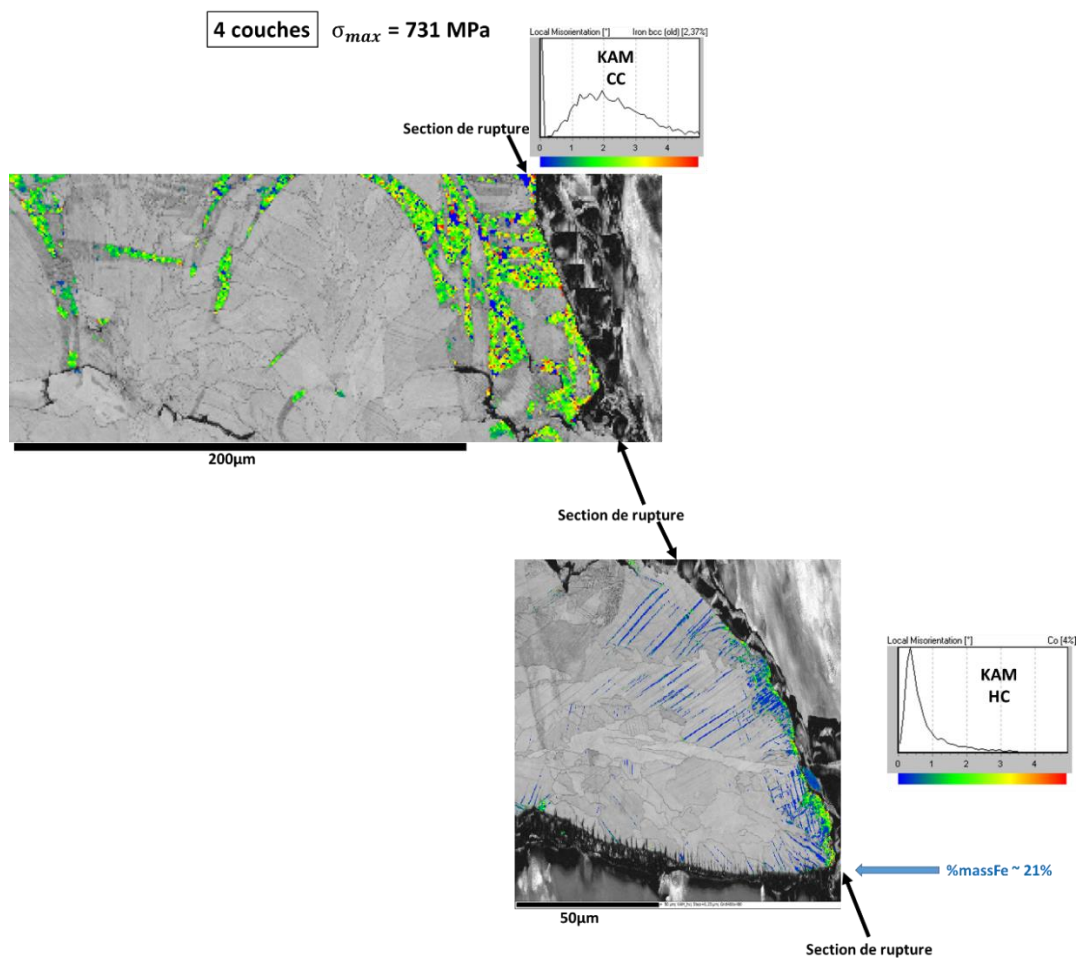


Figure IV. 52 : Cartographie KAM pour montrer la désorientation marquée au niveau des grains situé très proche du facies de rupture pour la phase HC et une distribution assez homogène pour la phase CC, 4 couches sollicité à $\sigma_{max} = 731 \text{ MPa}$

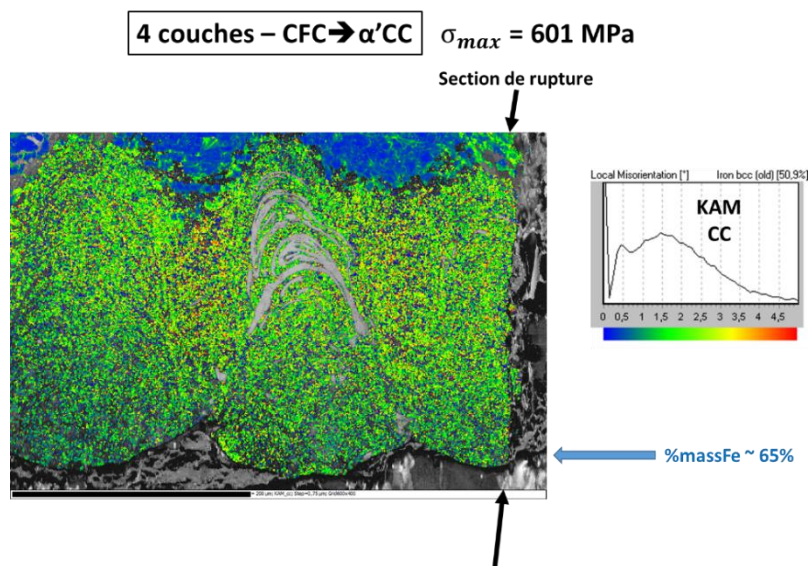


Figure IV. 53 : Cartographie KAM pour montrer la désorientation au niveau des grains situé proche du facies de rupture pour la phase CC, 4 couches sollicité initialement biphasé à $\sigma_{max} = 601 \text{ MPa}$

3. Résultats fractographiques

3.1. Observations des faciès de rupture sur les éprouvettes non revêtues

A l'échelle macroscopique, nous avons observé le trajet de fissuration. Pour la majorité des éprouvettes, les fissures se sont amorcées au milieu de l'éprouvette et se sont propagées perpendiculairement à la direction longitudinale de celle-ci qui est celle des stries de rectification. La propagation est donc perpendiculaire à la contrainte locale appliquée. Nous avons observé dans certains cas quelques fissures secondaires qui se développent d'une manière un peu aléatoire depuis la fissure principale.

Le faciès de rupture reflète plutôt les caractéristiques d'une rupture ductile suite à la déformation plastique, ceci sur l'ensemble de la section transversale. Nous n'avons pas noté de différence de nature du faciès suivant le niveau de contrainte appliquée.

La Figure IV. 54 et Figure IV. 55 illustrent pour les deux niveaux de chargement extrême du domaine d'essai (respectivement 731MPa et 548 MPa), les sections de rupture observée au MEB. Pour la quasi-totalité des éprouvettes rompues, un seul site d'amorçage a été identifié, situé sur la surface. L'amorçage se fait visiblement par cisaillement de grains sans avoir été capable d'identifier précisément le point de départ mais plutôt toute une zone qui fait quelques dizaines de μm . Ceci est attendu car le gradient de contrainte en flexion est tel que la contrainte appliquée est maximale au niveau de la surface. La fissure se propage par la suite vers l'intérieur du substrat. Nous avons estimé l'étendue de la zone de propagation (croissant) aux alentours du site d'amorçage. Elle correspond à une épaisseur moyenne d'environ 2,5 mm pour l'ensemble des éprouvettes, en dessous de laquelle la rupture est complètement ductile.

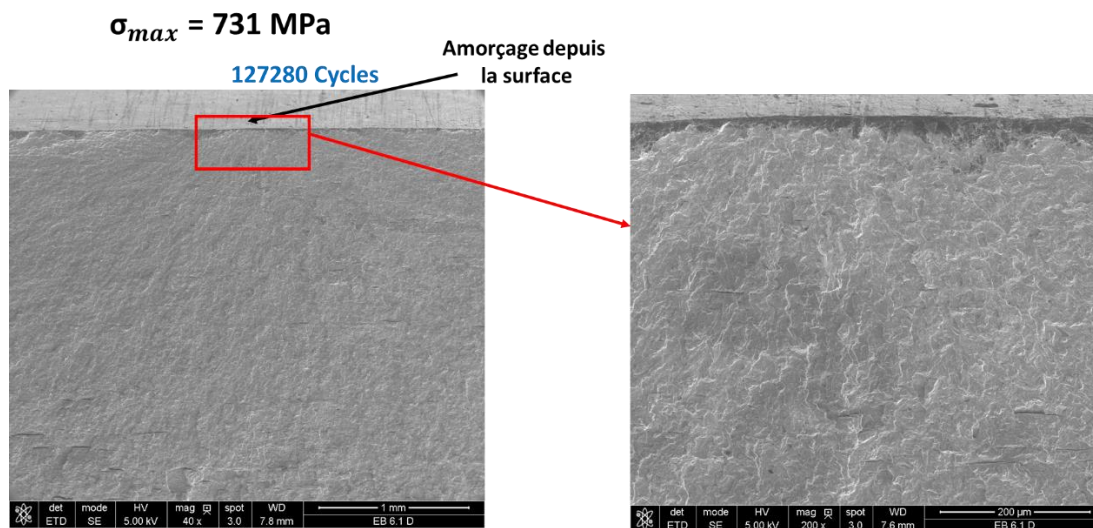


Figure IV. 54 : Faciès de rupture (MEB) - Eprouvette non revêtue - $\sigma_{max} = 731 \text{ MPa}$, $Ra=0.8 \mu\text{m}$.

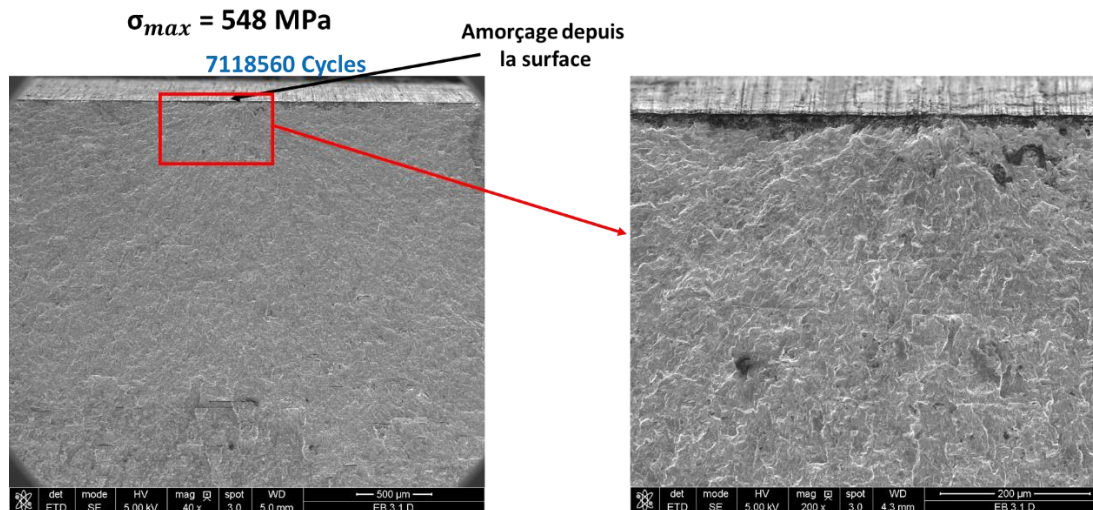


Figure IV. 55 : Faciès de rupture (MEB) - Epreuve non revêtue - $\sigma_{max} = 548 \text{ MPa}$, $Ra=0.8 \mu\text{m}$

3.2. Observations fractographiques sur les éprouvettes revêtues

3.2.1. Nombre de sites d'amorçage

Quelle que soit la nature du revêtement (nombre de couches, microstructure), nous avons observé que les surfaces sollicitées présentaient un nombre important de fissures comme le montre la Figure IV. 56 relative à une éprouvette revêtue de 4 couches et sollicitée à 731 MPa.

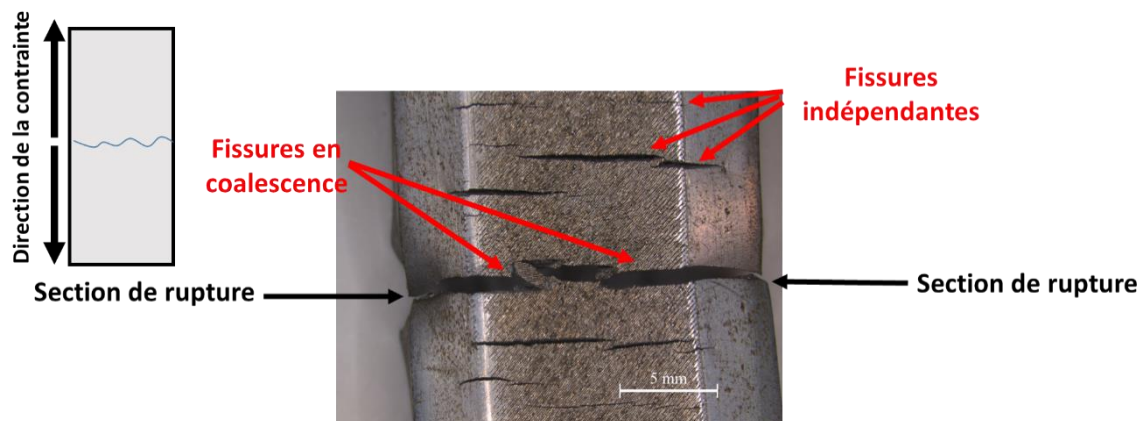


Figure IV. 56 : Microscope optique de la surface d'une éprouvette rompue 4 couches biphasee CFC+ α' CC, $\sigma_{max}=731 \text{ MPa}$

La Figure IV. 57 récapitule le décomptage des fissures observées sur les différentes éprouvettes rompues. Le graphe indique, pour chaque type de revêtement (nb de couches et microstructure), le nombre de fissures observées, ainsi que la densité surfacique de fissure (nb de fissures rapporté à l'étendu de la surface sollicitée limitée par les sections situées sous les rouleaux d'application d'effort du montage d'essai, soit $24 \times 15 \text{ mm}^2$) en fonction du niveau de contrainte maximale appliquée. En outre, pour chaque point mis en place, nous avons rappelé le niveau de rugosité relevé à l'aide de l'Altmet. Nous pouvons remarquer les points suivants :

- Le nombre de sites d'amorçage augmente avec le niveau de charge. Ce constat a été rapporté dans la thèse de Shahzad [SHA11] sur un alliage d'Aluminium et aussi dans [SIG83], plus la contrainte maximale au niveau de la surface du revêtement est importante, plus est grande la probabilité de créer des zones avec des contraintes localisées importantes induisant le démarrage de plusieurs

fissures simultanément. Cette sensibilité à la contrainte est cependant moins importante dans le cas du revêtement à 8 couches.

- Nous observons aussi que le nombre de sites d'amorçage est largement plus important dans le biphasé CFC+ α' CC que le monphasé CFC du cas 4 couches bien que le niveau de rugosité soit parfois plus important pour ce dernier. Ceci pourrait être attribué à la phase martensitique α' CC avec son caractère dur et fragile qui fait que la contrainte localisée est différente au niveau des grains de cette phase et aussi au niveau du joint de grain interphases.

Pour illustration, pour $\sigma_{max} = 601$ MPa, la différence entre les deux populations CFC et CFC+ α' CC est très importante qui est peut-être due au taux de la phase α' CC (de 56%) relativement élevée dans le cas CFC+ α' CC.

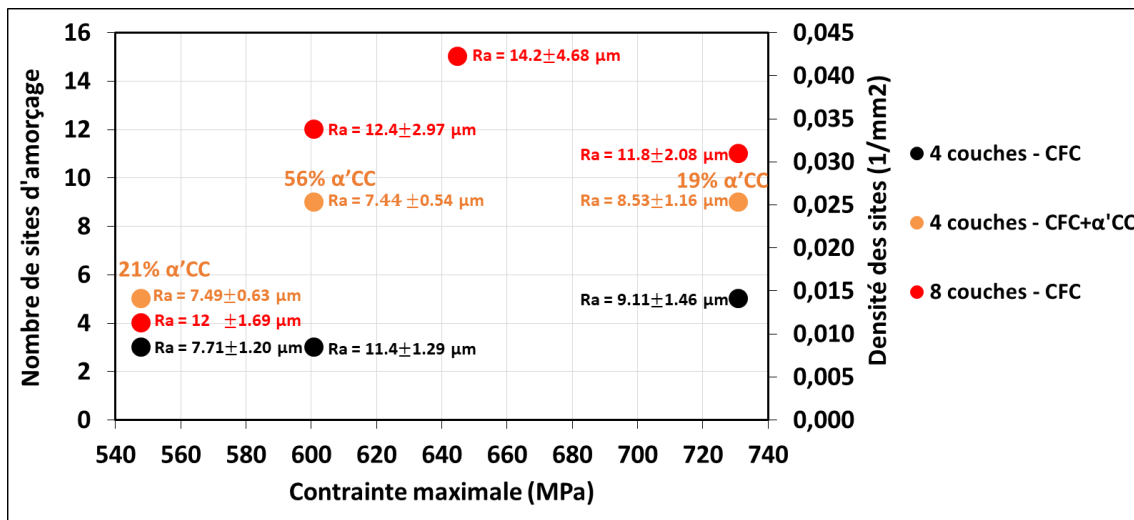


Figure IV. 57 : Nombre de sites d'amorçage et leur densité par unité de surface en fonction de la contrainte maximale appliquée pour les cas 4 couches monphasé, 4 couches biphasé et 8 couches monphasé

3.2.2. Faciès de rupture - Revêtement à 4 couches

Les observations fractographiques des éprouvettes rompues ont permis d'identifier les fonds de vallées entre les passes laser, qui sont aussi les joints de bain de fusion, comme la source de la fissuration.

Dans le cas des éprouvettes revêtues, les surfaces sollicitées présentent de nombreuses fissures transversales souvent réparties de part et d'autre de la fissure principale comme illustrée sur la Figure IV. 56 relative à une éprouvette revêtue (revêtement à 4 couches biphasée) sollicitée à $\sigma_{max} = 731$ MPa. Certaines de ces fissures semblent avoir pris naissance sur les arêtes de chanfreins latéraux.

La Figure IV. 58 et la Figure IV. 59 illustrent les faciès de rupture de deux éprouvettes revêtues également sollicitées à $\sigma_{max} = 731$ MPa ; la microstructure du revêtement de la première est monphasée CFC et celle du revêtement de la seconde est biphasée CFC+ α' CC.

Nous constatons sur ces faciès la présence d'une épaisseur d'aspect plus lisse que pour l'ensemble de la section de rupture. Nous avons estimé cette épaisseur à 215 microns pour la microstructure monphasée et à 195 microns pour la microstructure biphasée. Cette épaisseur correspond à peu près à l'épaisseur du revêtement qui dépend quant à elle de sa nature microstructurale : monphasée ou biphasée.

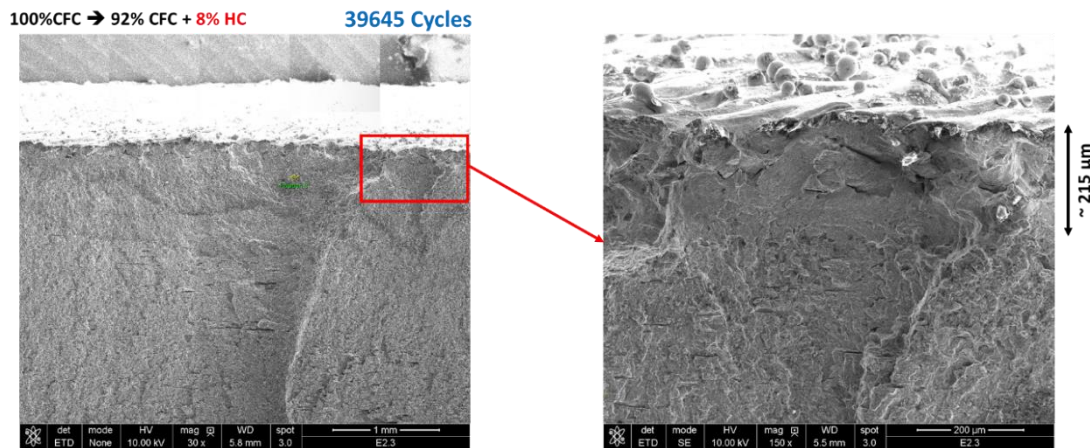


Figure IV. 58 : Facies de rupture de l'éprouvettes sollicitée à 731 MPa – Revêtement à 4 couches – Microstructure monphasée CFC

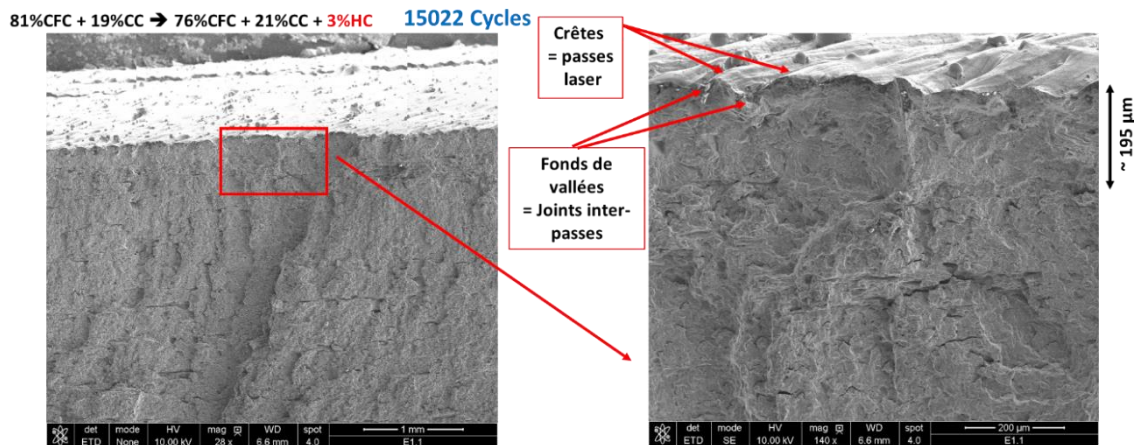


Figure IV. 59 : Facies de rupture de l'éprouvettes sollicitée à 731 MPa – Revêtement à 4 couches – Microstructure bi phasée CFC + α' CC

3.2.3. Faciès de rupture - Revêtement à 8 couches

Dans le cas des revêtements à 8 couches, et comme pour les éprouvettes revêtues de 4 couches, les observations fractographiques des éprouvettes rompues ont permis d'identifier les fonds de vallées entre les passes laser comme la source de la fissuration. De la même façon, nous avons observé de nombreuses fissures sur la surface sollicitée, toutes transversale à la sollicitation de flexion.

Par ailleurs, l'épaisseur présentant un aspect plus lisse que l'ensemble de la section de rupture est d'environ 340 microns comme le montre la Figure IV. 60 relative à une éprouvette sollicitée à 731 MPa.

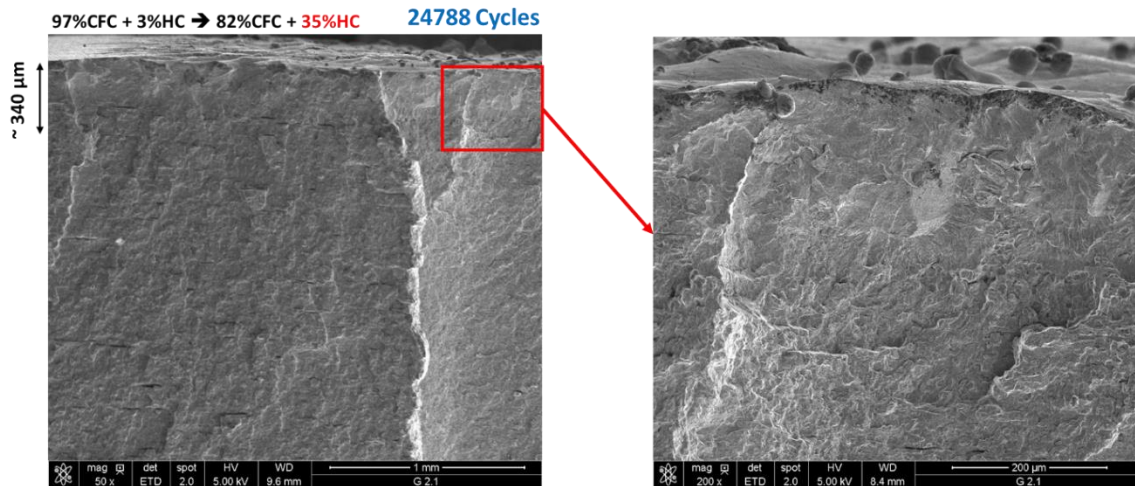


Figure IV. 60 : Facies de rupture d'éprouvettes à 8 couches de revêtement monophasé CFC, $\sigma=731\text{MPa}$

4. Conclusions

Nous avons présenté dans ce chapitre l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus lors des deux campagnes d'essai réalisées sur des aciers non alliés revêtus de cobalt par SLM ; la première sous sollicitation tribologique et la seconde sous sollicitation en fatigue de flexion 4 points. Plusieurs aspects ont été investigués, mais le point commun entre ces deux études a porté sur les transformations de phases pouvant se produire sous ces types de sollicitations. Nous avons étudié une certaine diversité de revêtements, tant en nombre de couches réalisées – de 4 à 20 couches – qu'en nature microstructurale : monophasé CFC, biphasé CFC + α' CC.

Pour l'étude tribologique, ces investigations ont permis de montrer que :

- La teneur en fer est toujours plus importante en surface de la trace d'usure qu'en surface initiale du revêtement,
- Les taux des phases dépendent de la teneur massique en fer : CFC avec du HC résiduelle pour des teneurs inférieures à 32% ; CFC + α' CC commence à apparaître au-delà,
- La transformation de phase CFC → HC est complète jusqu'à 32% massique en fer (pour un revêtement à 10 couches, la transformation CFC → HC est effective sur 140µm),
- La transformation CFC → α' CC est complète pour des teneurs en fer supérieures à 65%,
- Le volume d'usure dépend des phases cristallines : il est constant entre 0 et 10% massique en fer ; au-delà il augmente pour tendre vers une valeur asymptotique,
- On ne note pas d'augmentation de la dureté quand la martensite est initialement présente.
- L'épaisseur sous la zone de frottement affectée par une augmentation de la dureté est supérieure à celle affectée par la réorientation du joint de bain de fusion ; les deux épaisseurs dépendent de la teneur en fer,
- La texturation du plan basal (0001) pour la phase HC est parallèle à la direction de glissement dans les 20 premiers micromètres et fait un angle de 42° par rapport à la direction de fabrication dans les 120 µm en sous-couche ,
- La déformation est plus sévère près de la surface du revêtement pour la phase HC ; elle est absente pour la phase α' CC,

Pour l'étude en fatigue, les investigations ont permis de montrer que :

- Les courbes de fatigues permettent de distinguer trois populations d'éprouvette suivant les phases présentes en surface : 4 couches monophasé CFC avec du fer, 4 couches biphasé et 8 couches monophasé CFC sans fer.
- La tenue en fatigue est toujours dégradée pour les éprouvettes revêtues par rapport au substrat brut ; les deux revêtements monophasé et biphasé présentent deux comportements différents.
- La transformation de phase CFC → HC par fatigue est bien identifiée ; elle augmente avec la charge appliquée et diminue avec la teneur en fer
- La transformation CFC → α' CC n'est effective que pour des teneurs en fer supérieures à 50%.
- L'amorçage des fissures de fatigue se situe en fond de vallée au niveau des joints de bain de fusion et la nature de la rupture ne change pas suivant la charge ou la population du revêtement.
- Une multi-fissuration est toujours observée pour les éprouvettes revêtues dont le nombre de site d'amorçage dépend du niveau de charge appliqué, de la nature des phases cristallines et du niveau de rugosité.
- La transformation de phase est due en partie à la présence de fissures.
- La transformation de phase CFC → HC est plus prononcée aux alentours de la surface de rupture et est caractérisée par une déformation plastique plus marquée à quelques microns de la surface de rupture ; la phase α' CC ne montre pas de déformation supplémentaire par fatigue.

A proximité de la surface de rupture, la texturation du plan basal (0001) de la phase HC se fait dans un sens perpendiculaire.

CHAPITRE 5 : MICROSTRUCTURES DU REVETEMENT, COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE ET TENUE EN FATIGUE - UN CRITERE D'ENDOMMAGEMENT BASE SUR LA TRANSFORMATION DE PHASE

1. Introduction

Les procédés de rechargement sur des pièces mécaniques se font préférentiellement par des techniques de projection de poudre ou par apport de matière type MIG. Au laboratoire ICA, nous possédons une machine de fabrication additive basée sur le procédé de Selective Laser Melting (SLM) soit une technologie "lit de poudres" que nous utilisons pour ce travail de thèse même si ce procédé est dédié à la fabrication de structures massives.

Les objectifs de ce travail de thèse, à caractère expérimental, sont

- L'identification des mécanismes de déformation plastique sous sollicitations mécaniques mis en jeu selon la teneur en fer dilué dans le rechargement base cobalt,
- L'identification du niveau d'accumulation de plasticité nécessaire pour activer certains mécanismes de déformation plastique sous sollicitations mécaniques,
- La comparaison entre les mécanismes engagés lors d'essais de fatigue volumique et de fatigue de surface (obtenue indirectement par des essais de frottement) pour tenter d'établir un lien entre ces deux types de comportement et les caractéristiques chimiques et microstructurales de ces revêtements.

Nous étudions un revêtement base cobalt déposé par poudres sur un acier non allié pour engager volontairement la dilution du fer dans l'épaisseur du rechargement. Pour ce faire, nous avons appliqué deux démarches différentes pour faire varier cette teneur en fer : une campagne d'essais à différents nombres de couches impliquant plusieurs revêtements et une campagne d'essais interrompus sur un même revêtement.

L'interaction "poudre/faisceau laser" par technologie en lit de poudres étant exploratoire par rapport aux procédés par projection de poudre, les particularités des rechargements induites par le procédé SLM sont également étudiées au travers des résultats de modifications métallurgiques et leurs impacts sur les propriétés mécaniques.

Nous commençons ce chapitre en rappelant rapidement les principaux résultats obtenus lors de ces trois phases expérimentales puis nous explorerons de façon plus approfondie les différents liens entre tous ces résultats pour conclure sur l'analogie entre les deux types de sollicitations et leur lien avec les transformations de phases induites.

2. Analyse approfondie des relations de causes à effets

Nous allons à présent tenter de mettre en évidence des points de rapprochement entre les effets observés dans des cas de sollicitations très différentes – surfaciques et volumiques – sur des éprouvettes revêtues sur des substrats acier non allié certes par le même procédé et la même poudre, et avec des paramètres du procédé identiques - ceux préconisés par le constructeur de la machine

utilisée - à un détail près : l'intervalle de temps entre chaque couche. Ce paramètre aussi appelé temps de lasage est très lié à la stratégie de lasage des couches de revêtements et dépend tout simplement de l'étendue de la surface à revêtir.

Nous l'avons rappelé dans le paragraphe précédent, plus ce temps est court, plus la teneur massique en fer dans la couche revêtue est élevée or ce taux de fer conditionne énormément de choses, notamment la microstructure. Dès lors, il s'avère judicieux de se référer à cette teneur en fer. Le lecteur aura constaté que nous n'avons pas attendu ce chapitre pour entreprendre ce référencement car par ailleurs, il a largement été utilisé dans la littérature.

2.1. Natures et teneurs des phases présentes dans les revêtements de cobalt obtenus par SLM sur base fer

Nous présentons ici une discussion des différents résultats obtenus pour les revêtements à différents nombres de couches incluant la teneur en fer, les phases cristallines, les épaisseurs des revêtements et la micro-dureté.

1.1.1. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur la variation de la teneur en fer

L'intervalle de temps entre couches s'avère un facteur important impactant la composition chimique car il impacte la quantité de fer dilué dans le revêtement obtenu à partir de poudre base cobalt. Des auteurs expliquent que réduire l'intervalle de temps entre couches successives dans le procédé SLM augmente la température maximale dans le bain de fusion lors du passage du laser en surface de la dernière couche lasée [MOH20]. En plus, il est également montré que le passage du laser fait rentrer en fusion plusieurs couches sous-jacentes, en l'occurrence 3. Des auteurs ajoutent [LIU18] que la température maximale augmente aussi avec le nombre de couches ainsi que les dimensions du bain de fusion liquide qui deviennent plus importants [LIU18, MOH20]. Suivant [LIU18], la température maximale augmente de 38°C entre la première et la deuxième couche pour atteindre les 2732°C. Dans le présent travail et comme les revêtements représentent un petit nombre de couches ($4 \leq n \leq 20$), la dilution du fer est très dépendante de l'histoire thermique des couches précédentes qui elle-même dépend de l'intervalle de temps entre couches.

Les revêtements du chapitre 3 réalisés pour un intervalle de temps faible ($\Delta t_l = 11s$) montre que la dilution est donc d'autant plus marquée que l'intervalle de temps entre couches est réduit ce qui favorise le transport de matière depuis le substrat vers le revêtement car l'épaisseur fondue du substrat est plus importante. La migration des atomes de fer et le transport de matière sont dus au mouvement du fluide et aussi à l'effet Marangoni durant le balayage du laser. Cet effet a été étudié dans la littérature et s'avère important pour le procédé SLM [CHE18]. Pour cette même raison, l'épaisseur réelle du revêtement incluant toute la zone de mélange Co-Cr-Fe est plus importante quand l'intervalle de temps entre couches est réduit ($\Delta t_l = 11s$ par rapport à $16s \leq \Delta t_l \leq 42s$) (Figure III. 14 et Tableau III. 3).

Il n'a cependant pas été possible de corréler cette teneur massique en fer avec les paramètres de procédé mis en œuvre ; la seule tendance un peu marquée est celle qui relie la teneur massique à la densité d'énergie mise en œuvre.

2.1.1. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur les phases cristallines résultantes

L'intervalle de temps entre couches impacte la quantité de fer dilué qui elle-même impacte les phases cristallines résultantes. Par nature, le revêtement de cobalt présente une microstructure monophasée CFC qui peut être modifiée selon la nature du substrat et du procédé de revêtement.

Les phases présentes en surface du revêtement déterminées par DRX dépendent aussi de l'intervalle de temps entre couches pour une même teneur massique en fer. Suivant la teneur en fer, le revêtement peut être défini soit comme base fer soit comme base cobalt.

Sur ces mêmes revêtements, on constate qu'il faut des teneurs supérieures ou égales à 45% massique pour voir apparaître en surface la phase Cubique Centrée du fer, identifiée en DRX. Celle-ci possède des duretés qui avoisinent les 700HV. En nous basant sur différents travaux de la littérature [DAR18] et [MOH20], nous concluons que la présence de cette phase ne peut être expliquée que par les vitesses de refroidissement élevées durant le procédé de revêtement SLM, et qu'il s'agit donc d'une phase martensitique α' CC issue de la déformation du réseau CFC du cobalt, largement substitué de fer, du fait des contraintes thermiques de refroidissement. De fortes teneurs massiques en fer et un refroidissement rapide conduisent à la formation de martensite α' -CC, qui est une phase caractéristique des aciers.

Pour des teneurs inférieures à 30% massique, seule la phase CFC est présente pour un intervalle de temps entre couches réduit ($\Delta t_l = 11s$). Pour un intervalle ($16s \leq \Delta t_l \leq 42s$), de la phase HC résiduelle se crée. Ces deux phases sont caractéristiques du cobalt. La Figure V. 1 corrobore cette relation entre la teneur en fer et les phases cristallines.

Pour appuyer ces résultats, les revêtements à 2, 4, 5, 6, 7, 8, 10 et même 20 couches des disques de tribologie sont réalisés avec un intervalle de temps entre chaque couche de 34 secondes. On note sur le 1^{er} lot de fabrication que la phase α' -CC apparait pour des teneurs en fer supérieure à 33% massique et seuls les revêtements à faible nombre de couches (inférieur à 6) sont concernés par la présence de cette phase. La quantité de phase α' -CC passe de 40% à 60% pour des teneurs en fer comprises entre 55 et 65% et atteint 83% pour une teneur en fer égale à 76%.

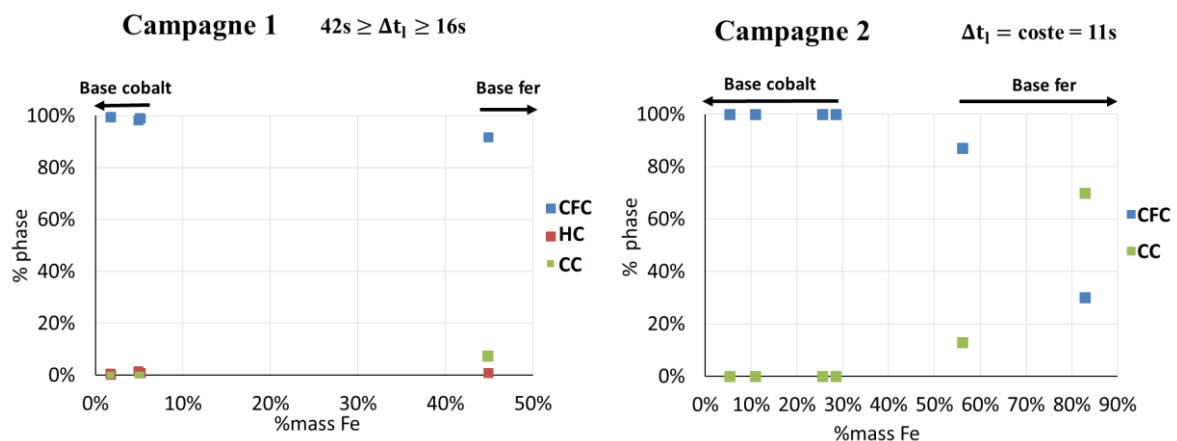


Figure V. 1 : Phases cristallines en fonction de la teneur en fer en surface pour montrer l'effet de l'intervalle de temps entre couches.

1.1.1. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur l'épaisseur

Un résultat auquel nous sommes parvenus à l'issue de ces premières expériences concerne la relation entre l'épaisseur de revêtement et l'intervalle de temps entre chaque passe réalisée. Il s'est avéré que plus cet intervalle de temps est faible, plus l'épaisseur est importante et ce quel que soit le nombre de couche réalisées. Nous avons également mis en évidence que la teneur massique en fer mesurée en surface décroissait avec le nombre de couches réalisées.

En conséquences de tout cela, la dureté de la couche réalisée dépend finalement de l'épaisseur de cette couche dans la mesure où elle est fortement corrélée à la nature des phases présentes (CFC du Cobalt et $CC(\alpha')$) et à la teneur massique en fer.

2.1.2. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur la dureté

L'impact de l'intervalle de temps entre couches sur la dureté des revêtements se traduit également sur la dureté des revêtements suivant que le revêtement soit base fer ou base cobalt. La lecture du diagramme d'équilibre fer-cobalt, indique que la solubilité du fer dans le cobalt CFC à haute température est totale. On peut donc supposer que la phase CFC métastable du cobalt obtenue lors du refroidissement rapide du procédé SLM est de plus en plus enrichie en fer à mesure que la dilution de cet élément est importante dans le revêtement. Quand la teneur en fer est suffisante pour créer de la martensite $\alpha'CC$, plus il y a de fer plus la dureté moyenne du revêtement est élevée à cause du caractère dur de cette phase martensitique. Quand la teneur en fer est inférieure à 30%, le système se comporte comme une base cobalt, auquel cas le fer joue le rôle inverse car il diminue la dureté de la phase CFC du cobalt. Des teneurs en fer comprise entre 5 et 35% massique dans la phase CFC du cobalt adoucit celle-ci (Figure III. 17, Figure IV. 10), ainsi la phase CFC du cobalt est moins dure quand celle-ci est enrichie en fer. Cet effet adoucissant du fer dans un alliage base cobalt a été reporté dans la littérature [KAS08].

2.1.3. Impact de l'intervalle de temps entre couche sur la forme des grains

Outre ces deux aspects primordiaux, teneur en fer et microstructure, nous avons pu mettre en évidence l'influence du nombre de couches réalisées sur la morphologie des grains qui pourraient avoir une influence sur le comportement sous sollicitation mécanique. Nous avons constaté qu'avec un nombre de couches croissant, nous passons d'une microstructure à grains de petite taille et de forme équiaxiale à une microstructure à grains de grande taille et de forme colonnaire. Selon ZHAO et al [ZHA19], la taille relativement faible des grains observée dans les revêtements à faible nombre de couches résulterait d'un mouvement fluide important au front de solidification entraîné par le passage du laser et cette solidification se ferait à partir du substrat vers la dernière couche du revêtement. La convection du fluide au front de solidification empêcherait donc la croissance épitaxiale et la formation de grains colonnaires.

Pour notre part, nous avons observé l'apparition de grains colonnaires à partir de 5 couches ce qui semble coïncider avec ce qu'ont pu observer Andreau et al dans une étude consacrée à la morphologie de couche SLM réalisées sur un acier inoxydable 316L [AND19]. De même, conformément à ce qu'ont pu observer et expliquer Chen et al [CHE17] nous avons observé que ces grains allongés étaient orientés à environ $46^\circ \pm 10^\circ$ par rapport à la direction de lasage et qu'ils traversaient plusieurs joints de bains de fusion dans le sens inverse du gradient thermique.

De leur côté Tan et al [TAN18] considèrent que lorsque le nombre de couches et que la température maximale atteinte lors du passage du laser augmente, comme l'ont montré Luo et al [LUO20] et MOHR

et al [MOH20], le temps de refroidissement plus important favorise la croissance colonnaire des grains [TAN18]. Chen et al [CHE17] considèrent que la croissance d'un grain colonnaire peut continuer le long de la direction de fabrication jusqu'à la surface quand l'angle entre la direction de croissance et le flux thermique est petit. Elle peut aussi être stoppée en croisant un autre grain en croissance, formant ainsi un joint de grain au milieu de la passe laser.

2.2. Modifications microstructurales sous sollicitations surfaciques via les essais tribologiques

Rappelons que tous les essais tribologiques ont été réalisés dans les mêmes conditions de chargement-vitesse-distance parcourue. Il sera donc impossible de corréler les différentes transformations au niveau de chargement.

2.2.1. Transformations de phase et épaisseurs affectées

Le schéma de la Figure V. 2 synthétise les constats que nous avons pu faire lors des analyses réalisées à l'issue des essais tribologiques. Il met en évidence les transformations qui se produisent dans le revêtement en fonction de la teneur massique en fer mesurée en moyenne par EDS, sans qu'il soit possible de préciser la teneur en fer dans chacune des phases présentes.

Ce schéma montre que l'on se retrouve avec deux systèmes cristallins différents : l'alliage du revêtement se comporte comme une base cobalt jusqu'à ~33% massique en fer et la transformation CFC → HC est complète ; au-delà d'environ 50% (48,80%) massique, la phase CFC se transforme en martensite α' CC et cette transformation est d'autant plus marquée que l'alliage base fer est pauvre en élément cobalt (à partir de 65% massique en fer, la transformation CFC → α' CC est complète). L'alliage du revêtement se comporte alors comme un acier austénitique. Entre ces deux bornes - 33% et 50% - nous avons un système mixte mais pour lequel il est difficile de déterminer la part de transformation CFC → HC.

Le suivi de ces transformations de phase durant l'essai tribologique interrompu est venu confirmer les observations faites pour l'ensemble des essais non interrompus : au cours des interruptions, les analyses ont montré que la transformation de phase CFC → HC était complète tant que la teneur en fer - mesurée en fond de trace d'usure - était inférieure à 33% et qu'au-delà de cette teneur seuil, la phase α' CC commençait à apparaître et qu'à partir de 40% massique de fer, cette transformation devenait majoritaire.

Par ailleurs, le suivi d'essais tribologiques interrompus ont permis de constater que ces transformations se produisaient instantanément au fur et à mesure que la bille parcourait la piste tout en la creusant progressivement. Ce faisant, la teneur en fer en fond de trace d'usure augmentait, et lorsque la profondeur de trace atteint une valeur telle qu'à ce moment la teneur en fer atteigne la valeur seuil d'environ 33%, on pose l'hypothèse forte que la transformation de phase induite par plasticité bascule progressivement d'une transformation CFC → HC vers une transformation CFC → α' CC. Lorsque la teneur en fer atteint le seuil d'environ 50%, nous n'avons plus que la seconde transformation. A partir de ce moment-là, la trace d'usure se creuse plus rapidement.

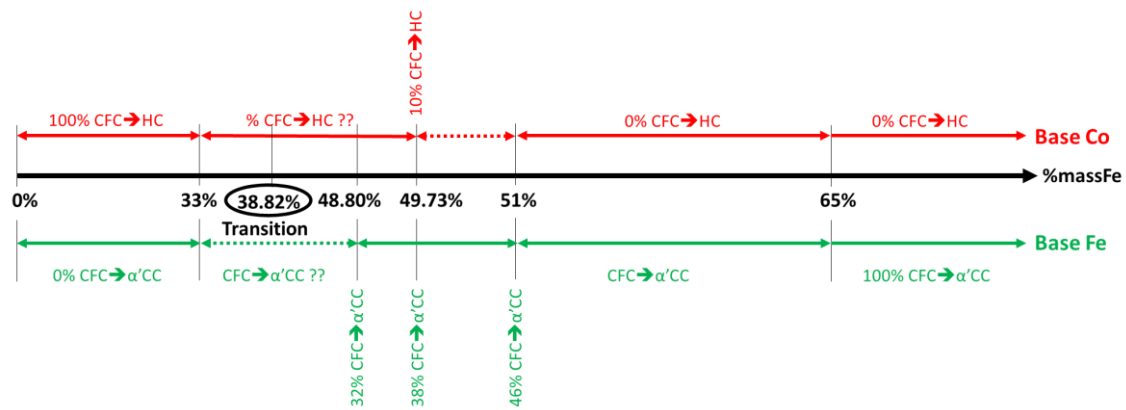


Figure V. 2 : Récapitulatif des taux de transformations des phases suivant les teneurs massiques en fer en surface de la zone d'usure, (0% = pas de transformation)

Ainsi, quelle que soit la transformation, elle ne peut s'expliquer que par la plasticité induite par le cisaillement lié à sollicitation tribologique comme ont pu le montrer Lee et al [LEE-19] pour la transformation $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$ et Hou et al [HOU 17] et Cabrol et al [CAB15 – CAB19] pour la transformation $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$. Il est largement démontré dans la littérature que le fer stabilise la phase CFC métastable dans les alliages base cobalt diminuant ainsi la densité de charge dans les régions de fautes d'empilement. Le fer augmente l'énergie des fautes d'empilement dans l'alliage ce qui va freiner la formation de dislocations partielles et donc retarder le changement de phase γCFC métastable en εHC [SIM87, ACH16, ACH17, TIA17]. La transformation $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$, résulte quant à elle de l'intersection des bandes de cisaillement suite à la montée de dislocations [SUZ77].

Il reste cependant difficile de déterminer le taux de transformation induit par la plasticité préférentiellement en $\alpha'\text{-CC}$ ou en $\varepsilon\text{-HC}$. Les auteurs montrent que ces deux types de transformation se produisent dans les aciers inoxydables CFC, pour lesquels la teneur en fer est de l'ordre de 70% en masse et préconisent que le taux de transformation induite par la plasticité est d'autant plus grand que l'acier est exempt d'éléments d'alliage comme le molybdène, élément qui retarde la transformation [LEE-Y19].

La profondeur sur laquelle nous observons ces transformations dépend de l'épaisseur du revêtement et du niveau d'énergie fourni qui lui est directement lié au niveau de la sollicitation. Ainsi pour les revêtements de faible épaisseur et donc à plus forte teneur en fer, l'intégralité de l'épaisseur du revêtement semble avoir été affectée par une transformations complète $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{C}$. Les mesures et analyses par EBSD effectuées sur le revêtement à 4 couches (Figure IV. 19) permettent de corroborer cette affirmation.

La transformation de phase ne concerne qu'une épaisseur limitée dans le cas des revêtements à plus grand nombre de couches. Les mesures et analyses par EBSD effectuées sur le revêtement à 10 couches (Figure IV. 19) ont montré que l'épaisseur pour laquelle la transformation $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$ était complète concernait les 20 premiers micromètres. On peut noter une transformation de phase sur une épaisseur de 120 micromètres supplémentaires alors que l'épaisseur du revêtement est de l'ordre de 385 μm . Les courbes de filiation de dureté ont mis en évidence une augmentation de la dureté sur une épaisseur de l'ordre de 142 μm , traduisant un effet d'écrouissage (Figure V. 3).

Nous concluons donc que selon l'épaisseur du revêtement (et donc de la teneur en fer), l'intensité de la sollicitation tribologique va conditionner les épaisseurs affectées par les transformations de phases induites par plasticité et notamment l'épaisseur sur laquelle ces transformations seront complètes. Le

calcul des pressions de Hertz dans le cas d'un contact bille sur plan selon notre configuration donne une pression maximale de Hertz de l'ordre de 1,36GPa et une pression moyenne de l'ordre de 900MPa. La profondeur pour laquelle une contrainte de cisaillement maximale est calculée à 49 μ m soit largement inférieure aux épaisseurs affectées par la transformation de phase. On pose alors l'hypothèse forte que quand la transformation se produit dans un grain, un effet « dominos » pourrait se produire et conduirait à la transformation de phase de tout le grain.

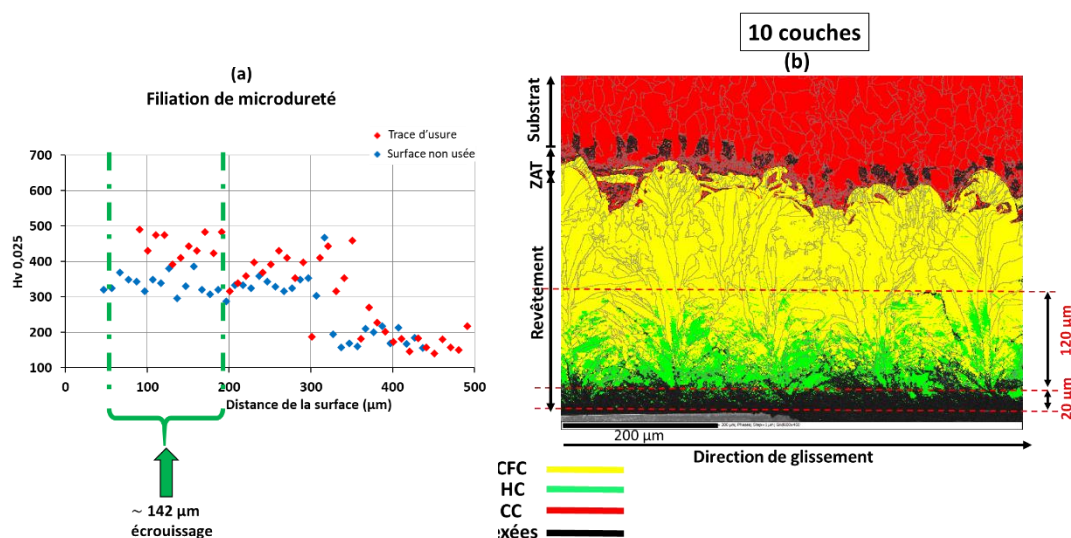


Figure V. 3 : Comparaison des épaisseurs affectées par la déformation (a) par mesure de micro-dureté (b) mesures par EBSD

2.2.2. Texturation des zones transformées tribologiquement

Une autre conséquence de l'application de la sollicitation tribologique, en lien avec les transformations de phases induites par plasticité, concerne l'apparition d'une texturation.

Les observations microscopiques de l'extrême surface du revêtement par EBSD mettent en évidence une réorientation des joints des bains de fusion dans la direction de déplacement du laser et cela sur une épaisseur encore plus faible que celle sur laquelle les transformations complètes sont observées (Figure IV. 13).

Dans le cas de la transformation CFC $\rightarrow$ HC, résultat de la dissociation des dislocations en présence des fautes d'empilement, nous avons mesuré une texturation de la phase HC parallèlement à la direction de glissement et ce sur une épaisseur qui correspondait à l'épaisseur sur laquelle nous avons observé une réorientation des joints des bains de fusion (Figure IV. 27). Ces résultats sont conformes à ceux montrés par Cabrol et al [CAB19] et [PER03]. Au-delà de cette épaisseur, la texturation de la phase HC reste inchangée, orientée à environ 42° par rapport à la direction de fabrication avec des grains croissant de façon colonnaire dans le sens inverse du flux thermique. Soulignons que la phase HC est caractérisée, dans les premières dizaines de microns en surface (environ 60 microns), par un niveau de déformation extrêmement élevé : sur cette épaisseur, la densité de pixels non indexés lors de l'analyse d'images EBSD (ce qui traduit une très forte densité de dislocations) y est très importante.

Dans le cas de la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC, nous n'avons observé aucune texturation particulière : les valeurs de GOS reste sensiblement identiques à celles qui ont pu être mesurés dans la phase α' CC avant sollicitation (de $2,94^\circ \pm 1,25^\circ$ à $3,23^\circ \pm 1,15^\circ$) ; ceci pourrait s'expliquer par la nature fragile de la phase martensitique caractérisée par une plus forte résistance mécanique mais un faible allongement à rupture qui serait en particulier responsable de la rupture de ces grains α' CC sans qu'il y ait

d'allongement important. La rupture de ces grains serait à l'origine de l'usure. Les plans n'ont donc pas le temps de manifester une quelconque orientation préférentielle.

2.2.3. Impact des transformations de phase sur le frottement et sur le volume d'usure

Les mesures du coefficient de frottement ont fourni, de leur côté, des informations pouvant être corrélées à ces premiers constats.

Nous notons que les faibles valeurs de coefficient de frottement et la stabilité du coefficient de frottement est l'indice que le mécanisme de plasticité est préférentiellement la transformation de phase CFC métastable $\rightarrow$ HC. Ce qui est le cas pour les teneurs en fer inférieures ou égale 33%massique en surface du revêtement (Figure V. 4). Cette transformation réduit fortement les volumes d'usure mesurés (Figure IV. 8).

Pour les teneurs supérieures à 33% en masse, après une augmentation brutale du coefficient de frottement, celui-ci se stabilise ou progresse très faiblement durant l'essai. L'accroissement très rapide du coefficient de frottement, qui s'étend sur premières dizaines de mètres parcourus, correspond très certainement à la mise en place de la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC pour un revêtement à 4 couches – riche en fer - durant les premiers cycles de rotation du disque. Une fois la transformation de phase installée, la piste d'usure va peu à peu se creuser : les débris d'usure sont susceptibles d'interférer entre la bille et le pion, ce qui occasionne les fluctuations du coefficient de frottement observables sur les enregistrements.

Par ailleurs, le suivi d'essais tribologiques interrompus ont permis de constater que ces transformations se produisaient instantanément au fur et à mesure que la bille parcourait la piste tout en la creusant progressivement. Ce faisant, la teneur en fer en fond de trace d'usure augmentant, et lorsque la profondeur de trace atteint une valeur telle qu'à ce moment la teneur en fer atteigne la valeur seuil d'environ 33%, on pose l'hypothèse forte que la transformation de phase induite par plasticité bascule progressivement d'une transformation CFC $\rightarrow$ HC vers une transformation CFC $\rightarrow$ α' CC. Lorsque la teneur en fer atteint le seuil d'environ 50%, nous n'avons plus que la seconde transformation. A partir de ce moment-là, la trace d'usure se creuse plus rapidement (Figure IV. 8 et Figure IV. 15).

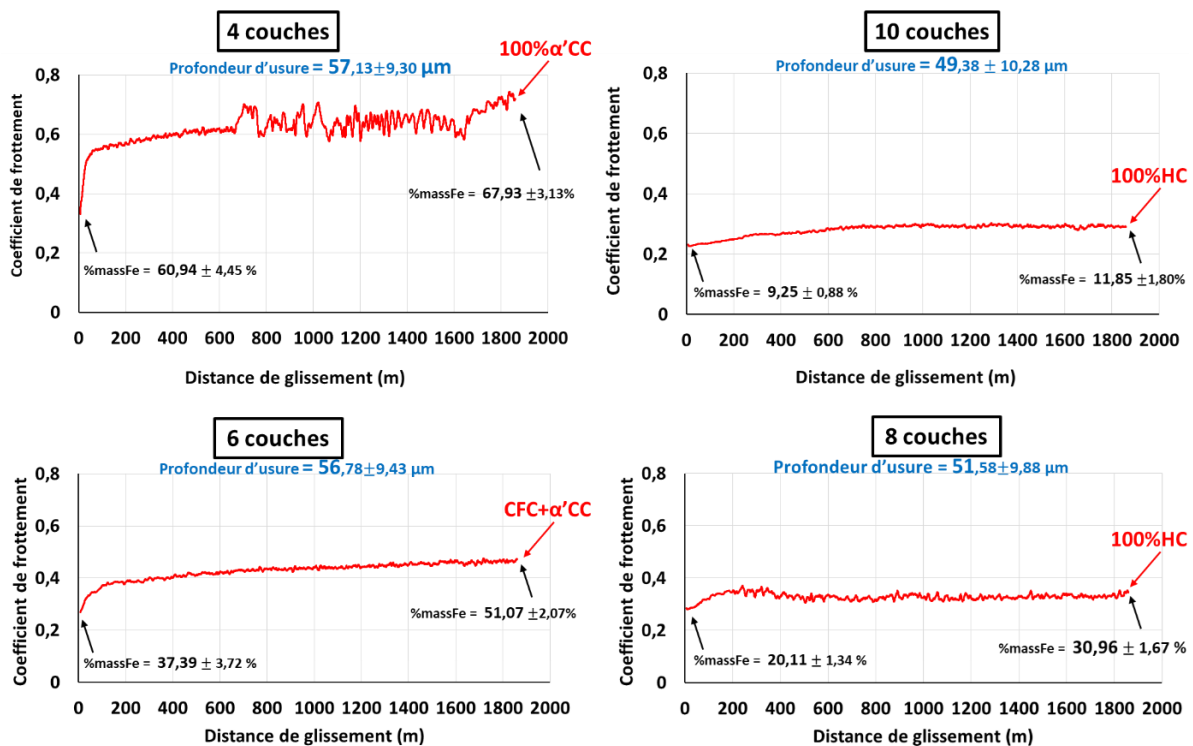


Figure V. 4 : Courbes de frottement pour les cas 4, 6, 8 et 10 couches du 1^{er} lot de fabrication.

2.3. Modifications microstructurales sous sollicitations volumiques via les essais de fatigue

A la différence des essais tribologiques, les essais en fatigue ont été réalisés à des niveaux de contrainte maximale relativement variées sur 5 niveaux pour balayer le domaine de l'endurance limitée à 10^4 - 10^6 cycles. Par contre, la variété de revêtements était beaucoup plus restreinte que pour l'étude tribologique et seul deux types de revêtements ont été réalisés : un revêtement à 4 couches et un revêtement à 8 couches.

Les analyses de ces revêtements avant essai de fatigue ont révélé une dispersion plus importante du point de vue microstructural. In fine, ce sont donc trois lots de 5 éprouvettes que nous avons testés : un premier lot caractérisé par un revêtement à 4 couches quasi monophasé CFC métastable, un second lot avec un revêtement 4 couches biphasé CFC métastable + α' CC et un dernier lot revêtu 8 couches monophasé CFC métastable. Conformément à ce qui a été observé lors de la première phase expérimentale, et confirmé par la seconde, la teneur massique en fer dans les revêtements 8 couches s'est avérée plus faible que pour le revêtement 4 couches.

Naturellement, il est tentant d'expliquer la position relative des trois courbes de fatigue obtenues par cet aspect microstructural mais cet état initial n'est pas forcément celui qui correspond à l'endommagement de fatigue car entre ces deux états, il y a l'application des cycles de chargement qui génèrent, comme en sollicitations tribologiques, des changements de phases. Tout comme en tribologie, les deux transformations de phases CFC $\rightarrow$ HC et CFC $\rightarrow$ α' CC sont observables selon la teneur en fer dans le revêtement mais leur apparition et leur intensité dépend également du niveau de la contrainte maximale appliquée au cours de l'essai (Figure IV. 45 et Figure IV. 46).

Ainsi la transformation CFC $\rightarrow$ HC n'est observable que si la teneur en fer reste inférieure à environ 50% et pour des teneurs comprises entre cette borne et 30%, les deux transformations CFC $\rightarrow$ HC et CFC $\rightarrow$

α' CC se retrouve en concurrence. Notons que cette plage de transition correspond à ce que nous avons relevé en tribologie et une certaine corrélation entre le taux de cette transformation et la teneur en fer a pu être mise en évidence.

L'augmentation du taux de cette transformation CFC $\rightarrow$ HC avec la charge appliquée pour une même teneur en fer (Figure IV. 45 et Figure IV. 46) est expliquée par la nature de cette transformation faisant appel à la dissociation de dislocations parfaites en dislocations partielles : plus l'énergie mécanique apportée est importante plus ce mécanisme est activé ; la distance entre les dislocations partielles dissociées est directement liée à la contrainte locale à l'échelle du cristal qui est liée à la contrainte globale, et aussi à sa direction par rapport aux axes cristallographiques [COP68].

La diminution de la transformation CFC $\rightarrow$ HC avec la teneur massique en fer dans l'alliage pour une même charge appliquée s'explique par l'énergie des défauts d'empilement qui est augmentée par le fer venant freiner ce type de transformation ; cette énergie est en effet inversement proportionnelle à la distance de dissociation des dislocations.

Par ailleurs, il est apparu, lors du suivi microstructural de 4 essais de fatigue interrompus, que cette transformation se produisait pour l'essentiel dès l'application des premiers cycles - ce constat est en accord avec les observations de Ben et al [BEN 11] - puis le taux de transformation progressait très doucement sur la majeure partie du cyclage avant de reprendre une progression importante dans les derniers milliers de cycles précédant la rupture. Ce type d'évolution a été observé aussi bien à faible qu'à fort niveau de contrainte maximale.

A partir de 50%massique de fer, seule la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC subsiste, le fer à ce niveau de concentration bloquant l'autre transformation.

Les mêmes observations ont été faites pour la seconde transformation CFC $\rightarrow$ α' CC que nous avons identifiée uniquement dans le cas des fortes teneurs en fer (Figure IV. 45 et Figure IV. 46). Pareillement à la précédente transformation, nous avons observé une forte dépendance du taux de transformation avec la teneur massique en fer. Et pareillement, le suivi microstructural d'un essai interrompu a permis de montrer que l'évolution de cette transformation suivait le même rythme : un niveau relativement élevé atteint dès l'application des premiers cycles de chargement suivi d'une lente progression sur l'ensemble du cyclage qui précède une accélération très prononcée dans les derniers milliers de cycles précédant la rupture. Notons que, chacun de leur côté, Chen et al [CHE 16] ainsi que Khudorozhkova et al [KHU16] ont montré que dans des aciers austénitiques, et pour des niveaux de contraintes supérieures à la limite d'élasticité de l'acier, la transformation de phase CFC $\rightarrow$ α' CC par fatigue se produisait uniquement à partir de l'amorçage de microfissures. Mais dans notre cas, les niveaux de contrainte maximale étaient pour la majorité des cas toujours inférieurs à cette limite d'élasticité (672MPa), [WEI20], ceci sans considération des localisations de contraintes dues à la rugosité. Les deux résultats ne sont donc pas forcément contradictoires : pour de niveaux faibles, l'essentiel de la durée de vie est consommé en amorçage de fissures et pour des niveaux de plus en plus élevés, et supérieurs aux limites d'élasticité, la durée de la phase d'amorçage diminue au « bénéfice » de la phase de propagation. Ainsi, pour le cas du revêtement initialement biphasé CFC+ α' CC, en plus de la phase martensitique α' CC initialement présente, la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC peut s'avérer bénéfique sur la tenue en fatigue à grande durée de vie puisque la martensite issue de la transformation peut constituer une barrière à la propagation de fissures (raisonnement donné dans [ABA11]). A contrario, la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC pourrait être néfaste à petit nombre de cycles de par le caractère fragile de la martensite, la fissure peut toujours s'amorcer depuis cette dernière [KUM20].

Finalement, ces graphes nous incitent à penser qu'il y a un couplage important entre le taux de transformation et l'endommagement du revêtement et que le suivi de l'un renseigne assez bien sur l'évolution du second. Du coup, nous imaginons aisément que dans le troisième stade de la durée de vie des éprouvettes revêtues, la présence des macrofissures puissent accélérer localement les transformations de phases déjà amorcées sur l'ensemble de la surface et du volume sollicité durant la phase d'amorçage de ces fissures : ceci est évoqué par Chen et al [CHE 17] et les observations EBSD de nos éprouvettes rompues au voisinage des sections de rupture nous ont renseigné sur ce point. Elles mettent en évidence des concentrations très fortes de phase HC dans le cas d'un revêtement 4 couches CFC sur les lèvres de la fissure en partie haute du revêtement alors que plus proche de l'interface avec le substrat, c'est une concentration plus importante en phase α' CC. Ainsi, il apparaît que, sous sollicitation en fatigue volumique, le revêtement se comporte différemment selon que l'on est en extrême surface ou plutôt proche de l'interface.

Il est alors peut-être possible d'associer chacun de ces comportements aux différentes phases de l'endommagement en fatigue : dès l'application des cycles de sollicitations, la transformation CFC $\rightarrow$ HC est enclenchée et se manifeste localement au grès de la rugosité de surface, notamment au voisinage des vallées créées par le passage du faisceau laser ; l'application des cycles de sollicitations favorise l'amorçage des fissures dans ces zones microstructurales HC qui poursuit son développement durant un nombre de cycles d'autant plus important que le niveau de contrainte maximale est faible : c'est la phase d'amorçage. Lorsqu'une ou plusieurs fissures se développent plus fortement que les autres, la transformation s'accroît à son voisinage facilitant sa propagation vers le substrat et la transformation CFC $\rightarrow$ HC fait peu à peu place à la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC du fait du très fort niveau de contrainte en pointe de fissure et à la teneur en fer suffisamment élevée dans le revêtement pour permettre cette transformation et bloquer la première transformation. La fissure a traversé le revêtement et poursuit sa course dans le substrat qui cède rapidement ; c'est la phase de propagation.

3. Transformations de phases sous sollicitations et critère d'endommagement

Selon son épaisseur, la teneur massique en fer en surface du revêtement réalisé par SLM peut varier énormément : elle peut dépasser les 50% sur des faibles épaisseurs (revêtements à 4 couches) et peut être très faible – quelques % - pour les fortes épaisseurs (> à 8 couches). Selon cette teneur, la microstructure initiale du revêtement peut être soit monophasée CFC métastable, soit biphasée CFC + α' CC ; soit monophasée α' CC.

Deux transformations sous contrainte ont pu être mise en évidence : une transformation CFC $\rightarrow$ HC qui concerne la microstructure CFC métastable du cobalt lorsque la teneur en fer dans celle-ci est faible et en tout état de cause limitée à 50% ; au-delà de cette teneur, la microstructure du revêtement peut être considérée comme une base fer et c'est alors une transformation CFC $\rightarrow$ α' CC qui se produit (hypothèse posée). Pour des teneurs en fer comprise entre 30% et 50%, il peut se produire une compétition entre ces deux transformations induites par plasticité.

Dès que ces revêtements sont sollicités, des transformations de phases se mettent en place dans les premiers cycles de chargement. On peut noter que dans l'essai de tribologie, la transformation CFC métastable $\rightarrow$ HC est mesurable dès les 372 premiers mètres de frottement soit 4169 cycles et dans l'essai de fatigue cette même transformation est mesurable après 100 cycles qui correspond au stade de l'élastoplasticité cyclique avec de l'accommodation et du cumul de plasticité.

Même si les sollicitations en tribologie et en fatigue ne peuvent pas être directement comparées, nous pouvons cependant confirmer par ces travaux que la sollicitation tribologique s'apparente localement à une sollicitation en fatigue et selon la nature de la sollicitation, les volumes concernés par ces transformations ne sont pas les mêmes. Pour la sollicitation tribologique, c'est tout le volume situé sous le contact de la bille en Al_2O_3 qui est concerné et durant le cyclage, ce volume circule le long de la piste : au bout d'un tour de disque revêtu, la sollicitation agit sur un volume préalablement cyclé. Pour la sollicitation de fatigue, bien que toute la surface et le volume sous-jacent soient sollicités par le même niveau théorique de contrainte de flexion, la contrainte est fortement fluctuante avec de très fortes concentrations de contrainte dans les vallées formées par les passages successifs du faisceau lors de la réalisation d'une couche du revêtement. Conséquemment, les transformations de phases concernent des volumes plus répartis sous sollicitation tribologique et des volumes très localisés pour la sollicitation en fatigue.

Lorsque la teneur en fer est très élevée, c'est donc la transformation $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$ qui se produit : or cette nouvelle phase, martensitique par son caractère displacif, est très dure, non écrouissable et fragile. Sous sollicitation tribologique, les revêtements à faible épaisseur, pour lesquels cette transformation est complète, auront donc tendance à moins bien se comporter, à cause de la fragilité et la friabilité de la phase $\alpha'\text{CC}$. Pour ces revêtements de faible épaisseur sollicités en fatigue, les fortes concentrations de contraintes vont permettre la transformation de phase et simultanément permettre l'amorçage des fissures dans un volume microstructurellement plutôt fragile ; ces fissures vont entretenir cette transformation dans leur sillage.

Inversement, pour les revêtements plus épais, pour lesquels la teneur en fer est beaucoup plus faible, nous avons pu observer finalement que les deux types de transformations se produisaient mais principalement l'une après l'autre, même si une période de cyclage intermédiaire où les deux transformations pouvaient entrer en compétition. En effet, dans ce cas de figure, les transformations semblent clairement liées au dommage créé au sein du volume de matière sollicité. Que ce soit sollicitation tribologique ou en fatigue, la première transformation observée est la transformation $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$, caractéristique du comportement de la base cobalt sous sollicitation mécanique, et qui concerne de façon homogène le volume de matière sous le contact pour la sollicitation tribologique ou le volume de matière en bordure de fissure de fatigue. Au fur et à mesure que le dommage se développe, usure dans le cas de la sollicitation tribologique ou accroissement de la longueur des microfissures en fatigue, le niveau énergétique de sollicitation nécessaire à la transformation concerne des profondeurs caractérisées par une teneur d'autant plus élevées que l'on se rapproche du substrat. Au bout d'une certaine distance parcourue (qui finalement correspond à un certain nombre de cycles de sollicitation – tours de disque) ou d'un certain nombre de cycles de fatigue, le dommage atteint une profondeur pour laquelle la teneur en fer atteint le seuil des 33%, seuil à partir duquel la transformation $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$ peut être déclenchée ; les deux transformations se font simultanément, mais de façon concurrentielle, chacune nécessitant un certain niveau d'énergie caractéristique des mécanismes de déformation mis en jeu. Endommagement faisant, le seuil de 50% massique fer va être atteint et la transformation $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$ va être bloquée : ne subsistera que la transformation $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$ qui sera complète à partir du moment où le dommage aura atteint la profondeur pour laquelle la teneur en fer est proche de 65% : nous ne sommes plus loin du substrat. Si jusqu'à ce moment le dommage croissait raisonnablement, il va se mettre à augmenter beaucoup plus rapidement et conduire rapidement à la dégradation complète de la piste dans le cas de la sollicitation tribologique ou la propagation rapide d'une (ou de) fissure(s) conduisant à la rupture de la pièce revêtue.

Les enregistrements de divers paramètres tels que le coefficient de frottement, la profondeur de la piste réalisés au cours des essais tribologiques interrompus vont dans ce sens et bien que peu d'essais de ce type aient été réalisés, il semble raisonnable de penser qu'ils sont représentatifs du comportement tribologique des revêtements épais. Sous sollicitations de fatigue, le suivi du dommage mécanique est très difficile et nous ne l'avons pas fait, mais les analyses post-mortem des éprouvettes, notamment en EBSD, nous confortent dans cette hypothèse. Mais surtout, les analyses DRX réalisées durant les essais interrompus, tant tribologiques qu'en fatigue, et qui montrent l'évolution des taux de transformations $\text{CFC} \rightarrow \text{HC}$ et $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$, constituent à nos yeux des éléments tangibles pour alimenter cette thèse.

En regard de ces résultats et de ces analyses, il nous apparaît donc pertinent de définir la transformation $\text{CFC} \rightarrow \alpha'\text{CC}$ comme un critère d'endommagement qui, lorsqu'elle apparaît dans le volume sollicité, marque le début de la phase rapide et finale de la dégradation. Sa détection, par méthode non destructive, pourrait signifier l'arrêt de fonctionnement, soit pour rechargement pour une sollicitation tribologique, soit pour changement de pièce lorsqu'il s'agit de fatigue. Ceci est la théorie ; reste la mise en pratique qui reste difficile à mettre en œuvre car nous ne sommes pas en mesure à ce jour par DRX (matériel transportable) ou par une autre méthode CND de contrôler l'état microstructural de la surface sollicitée et endommagée.

CONCLUSIONS GENERALES & PERSPECTIVES

Ce travail de thèse, à caractère totalement exploratoire au niveau du laboratoire ICA, adoptant une démarche expérimentale a été mené sur un revêtement élaboré par procédé SLM à partir d'une poudre base cobalt sur des substrats acier non alliés. L'étude est consacrée à l'identification de la microstructure qui résulte du procédé et de l'évolution de l'état microstructural sous chargement avec un intérêt porté vers les transformations de phases induites par plasticité.

Lors du procédé de dépôt, il est reconnu dans la littérature que suite à l'apport thermique de la source d'énergie, il se produit la fusion du matériau qui entraîne donc dans les premières couches un mélange entre la poudre et le substrat. Il se forme ainsi une zone de mélange appelée zone de dilution ou d'inter-diffusion d'éléments chimiques. Suivant que l'élément dilue ou pas et suivant le niveau de dilution, cela induit un impact sur les mécanismes d'accommodation en plasticité qui se traduisent soit par de l'écrouissage (avec glissement des dislocations) soit du maillage ou de la dissociation ou montée de dislocations pour permettre des transformations de phase. Le cobalt présente effectivement cette particularité de changer de phase sous sollicitations mécaniques ce qui le rend intéressant à étudier.

Ce travail faisant appel à de précédents travaux de thèse sur le rechargement d'alliages base cobalt sur un substrat acier et leur comportement en fonction de la dilution en fer, nous avons employé le procédé SLM pour la fabrication des revêtements, même si ce procédé SLM est développé pour obtenir des pièces massives, car ce moyen est disponible dans les locaux du laboratoire ICA. Le cobalt et ses alliages sont utilisés comme revêtement pour augmenter les durées de vie de certaines pièces mécaniques d'un point de vue de résistance à l'usure et à la corrosion. L'objectif scientifique de cette thèse s'inscrit dans un cadre purement académique afin d'étudier les propriétés d'un revêtement fabriqué à partir d'une poudre base cobalt sur un substrat base fer, et ne rentre nullement dans un cadre d'optimisation du procédé. Il vise à identifier, à différentes échelles, les propriétés de la microstructure résultante et son évolution par la suite sous sollicitations mécaniques en fatigue volumique et en fatigue de surface (obtenue indirectement par des essais de frottement).

Pour obtenir un revêtement par SLM, se pose déjà la difficulté du principe de la technologie du lit de poudre qui implique la nécessité de déposer sur une surface plane afin de fabriquer les couches construites par le laser. Ceci réduit le choix des géométries des substrats à revêtir et entraîne nécessairement des restrictions et des difficultés quant à la mise en œuvre des fabrications.

Aux difficultés précédentes, se rajoute toute la complexité des paramètres du procédé SLM qui sont mis en jeu pour, en théorie, réussir des pièces avec une grande complexité des géométries. Nous avons pu montrer dans ce travail que la puissance du laser, la vitesse de balayage et l'intervalle de temps entre couches successives sont des paramètres qui conditionnent la microstructure des revêtements obtenus d'un point de vue compositions chimiques, structures cristallines et également micro-duretés.

Une relation directe entre la puissance et la vitesse du laser semble difficile à établir sur la teneur massique en fer au niveau des revêtements mais on peut dire qu'une densité d'énergie plus importante entraîne une dilution plus importante. Cette dilution est donc moins contrôlée par les paramètres du laser que par les problèmes de la quantité de poudre déposée pour la réalisation de la première couche qui dépend de l'utilisateur, de la planéité du substrat et du plateau de fabrication. Par contre, l'intervalle de temps entre chaque couche est un paramètre essentiel et particulièrement

influent sur la dilution du fer. Cet intervalle de temps conditionne les cinétiques de refroidissement des couches constituant le revêtement et conditionne donc la dilution du fer dans l'épaisseur du revêtement. Plus l'intervalle de temps entre couches est faible, plus le transport de matière -sous l'effet Marangoni auquel fait référence la littérature dans le cas du procédé SLM depuis le substrat vers le revêtement- est significatif et plus la dilution du fer dans le revêtement est importante.

Pour ces raisons, nous nous sommes attachés dans toute la suite du travail à faire varier le nombre de couches des revêtements et non les paramètres laser et nous utiliserons comme paramètre d'entrée pour étudier les différentes propriétés la teneur massique en fer en surface des revêtements.

Si dans le cas du cobalt et ses alliages, les grains de la phase Cubique Faces Centrées métastable (CFC) peuvent se transformer en phase Hexagonale Compacte (HC) pour accommoder la plasticité, il est connu que dans les aciers inoxydables austénitiques, la phase Cubique Faces Centrées (CFC) peut se transformer en phase martensitique Cubique Centrée (α' CC) sous sollicitations mécaniques. Nous nous sommes retrouvés dans ce travail, suivant la teneur massique en fer, dans deux cas de figures, le cas où le revêtement est base cobalt et le cas où le revêtement est base fer. Ceci est vrai dans l'étude de la microstructure à partir de petits cylindres de 10mm et 24mm de diamètre, sur les disques de tribologie et aussi les éprouvettes de fatigue en dehors de toute sollicitation. En jouant sur l'épaisseur du revêtement et sur l'intervalle de temps entre couches, ce qui ressort dans tous les cas de figures, est un système monophasé CFC avec éventuellement de la phase HC résiduelle pour des teneurs massiques en fer en surface des revêtements allant jusqu'à 33%, un seuil au-delà duquel la phase martensitique α' CC commence à apparaître et coexiste avec la phase CFC. La phase martensitique α' CC devient majoritaire à partir de 60% massique et pour 76% massique en fer, la quantité de phase α' CC atteint 83%.

Les propriétés de dureté qui en découlent sur l'ensemble des éprouvettes sont une dureté moyenne du revêtement base cobalt qui avoisine les 400HV pour un revêtement sans dilution de fer en surface ou avec une très faible teneur. Ce niveau de dureté diminue avec la teneur massique jusqu'à 33% de fer et la dureté moyenne est alors de 300HV, ce qui confirme que le fer qui a tendance à adoucir la matrice CFC métastable du cobalt. Par contre au-delà du de 33% de fer la dureté ré-augmente à cause du caractère dur de la phase martensitique existante dans ce domaine. La dureté atteint les 620HV pour 83% massique en fer.

Dans notre travail et afin d'étudier le comportement mécanique, nous nous sommes orientés vers de la caractérisation du revêtement sous chargements cycliques. Le premier est de type fatigue surfacique générée par la sollicitation tribologique (essais de type bille sur disque), le deuxième type est la fatigue volumique à grand nombre de cycles générée par des essais de flexion quatre points.

L'endommagement sous sollicitations tribologique ou de fatigue volumique repose sur des mécanismes différents. Sous sollicitation tribologique, divers mécanismes agissent soit simultanément, soit séquentiellement : il peut s'agir d'écrouissage, de transformation de phase ou de texturation qui vont se produire au fur et à mesure de l'enlèvement de matière. Sous sollicitation de fatigue volumique, l'endommagement se traduit par l'amorçage de fissures et leur propagation, deux stades qui sont particulièrement sensibles à la microstructure et aux hétérogénéités microstructurales, aux contraintes résiduelles et aux irrégularités géométriques de la surface, ainsi qu'au niveau de contrainte appliquée.

L'hétérogénéité de la microstructure et l'hétérogénéité chimique dans les revêtements base cobalt sur substrat acier obtenus par SLM ont été prises en compte dans la mesure du possible pour étudier le

comportement du revêtement sous chargement cyclique avec un intérêt porté vers les transformations de phase induites par plasticité. Celles-ci constituent un mécanisme d'endommagement dont l'intensité et les caractéristiques dépendent nécessairement de la nature du chargement, de la localisation de la contrainte qui fait que la structure devient le siège d'une micro-plasticité localisée, du niveau de chargement mais aussi de la composition chimique du revêtement qui évolue suivant la dilution du fer dans ce dernier, qui dépend des paramètres retenus lors de la fabrication.

Suivant la nature du revêtement en termes de phases cristallines et de teneurs massiques en fer le comportement mécanique est différent et nous avons déterminé plusieurs populations de revêtements. La sollicitation tribologique comme la sollicitation en fatigue induisent une transformation de phase et deux types de transformations peuvent se produire, individuellement ou simultanément, selon la teneur en fer dans le revêtement et selon que l'alliage de revêtement est base fer ou base cobalt : la transformation CFC métastable $\rightarrow$ HC et la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC.

Nous avons montré que la transformation de CFC métastable $\rightarrow$ HC se produit d'une manière totale pour la sollicitation tribologique et d'une manière partielle pour la sollicitation en fatigue dans une certaine épaisseur du revêtement, ceci pour des teneurs en fer allant jusqu'à 33% en masse, valeur identifiée toujours comme seuil de basculement de comportement. Sous ces deux types de chargement mécanique, nous avons pu constater que ce mécanisme d'accommodation se produisait dès les premiers cycles et qu'il contribuait à une faible valeur de coefficient de frottement et une faible usure.

De 33% à 50% en masse de fer, la transformation de phase CFC $\rightarrow$ α' CC est engagée et coexiste avec la transformation CFC $\rightarrow$ HC. A partir de 50% massique, la transformation de phase CFC $\rightarrow$ α' CC devient majoritaire et le fer bloque complètement la transformation CFC $\rightarrow$ HC. A partir de 65% massique en fer la transformation CFC $\rightarrow$ α' CC devient complète pour la sollicitation tribologique. Dans ce cas, la présence de phase CFC associé à la transformation CFC métastable $\rightarrow$ α' CC contribuent à une forte valeur de coefficient de frottement et une plus forte usure. En parallèle, en fatigue et dans notre gamme de contraintes maximales utilisées, englobant le domaine de 548MPa à 731MPa, la phase martensitique α' CC avec son caractère dur et fragile est bénéfique à la tenue en fatigue à grandes durées et au contraire dégrade la tenue à petites durées de vie.

A l'échelle des grains, la plasticité de la phase CFC entraîne de la transformation CFC métastable $\rightarrow$ HC à l'intérieur du grain CFC et les grains de la nouvelle phase HC se plastifient sévèrement ($GOS > 3^\circ$) sur les 60 premiers micromètres sous sollicitation tribologique. Pour la sollicitation en fatigue, la distorsion est plus prononcée pour la phase HC aux alentours de la fissure à quelques micromètres. Il se produit de la texturation pour le plan basal (0001) de la phase parallèlement à la direction de glissement dans les 20 premiers micromètres sous sollicitation tribologique et perpendiculairement à la surface de rupture dans le cas de la fatigue. Un point remarquable est que dans le cas de la sollicitation tribologique, l'épaisseur affectée par la transformation de phase même partielle en sous couches est très supérieure à celle identifiée par la théorie Hertzienne. Enfin, pour les deux types de sollicitation, aucune texturation ne se produit pour la phase martensitique de par son caractère dur et fragile, de même qu'aucun écrouissage supplémentaire ne semble s'engager, peut-être à cause d'une densité de dislocations initialement importante.

Fort des remarques précédentes, il semble d'intérêt de faire converger les deux études de sollicitation surfacique et volumique menées sur le même revêtement et nous avons défini un critère

d'endommagement en faisant une analogie entre les résultats obtenus pour les deux types de sollicitation. Ce critère considère que les transformations de phase se produisant sous la surface de contact sous sollicitation tribologique sont analogues aux transformations localisées aux fonds de vallées et en bordures de fissure sous sollicitation en fatigue. La transformation de phase est donc liée au dommage créé. La transformation CFC→HC commence dès les premiers cycles en surface des revêtements jusqu'à un seuil de 33%massique en fer à partir duquel les deux types de transformation CFC→HC et CFC→α'CC sont en concurrence. La dégradation s'opère plus rapidement au fur et à mesure du cyclage entraînant une perte de matière en tribologie et un accroissement de la fissure en fatigue. Quand la piste d'usure ou la fissure atteignent un niveau d'épaisseur correspondant à 65% massique en fer, seule la phase α'CC subsiste et la dégradation se fait brutalement correspondant à la propagation rapide de fissure. Nous avons alors défini la transformation de phase CFC→α'CC comme critère d'endommagement.

Nous avons montré par ces travaux de thèse à caractère exploratoire que les investigations qui restent à faire semblent vastes et les perspectives nombreuses. A commencer par l'étude de l'effet thermique lors du procédé SLM qui impacte fortement les niveaux de dilution du fer, que ce soit par approche expérimentale ou par de la simulation numérique des champs de température après interaction laser/matière. Une thèse est déjà lancée au centre ICA site d'Albi sur ce sujet qui a pour objectif de coupler les aspects thermiques et fluidiques pour la compréhension de la relation entre le champ thermique du procédé, les transports de matière et des éléments et le type de microstructure qui en découle.

Les paramètres de fabrication dans notre travail sont pour la majorité les mêmes et constants, de même pour la stratégie de fabrication. Toujours pour des alliages base cobalt, il est intéressant d'étudier la différence des comportements tribologiques suivant la stratégie de fabrication et également la direction des passes laser sur la dernière couche. Une deuxième thèse est lancée au centre ICA site d'Albi sur ce champ d'investigations.

Les transformations de phases CFC→HC tout comme CFC→α'CC identifiées par DRX concernaient des surfaces assez représentatives. Il est intéressant d'étendre l'étude pour un suivi local in situ de ces transformations par diffraction aux neutrons ou de la DRX synchrotron, en particulier en bordures de la fissure dans le cas de la fatigue. Ceci pourrait se faire en suivant l'amorçage de la fissure et en suivant l'évolution de la transformation de phase localisée en fonction de la taille de la fissure, ceci pour cerner de manière précise le stade d'amorçage et de propagation, point qui n'a pas été réalisé dans ce travail de thèse.

Un travail de caractérisation microstructurale peut aussi être engagé pour l'étude - par microscopie électronique en transmission- des différentes phases du revêtement et confirmer ainsi la nature de la phase indiquée CC par DRX qui serait de la martensite vu les niveaux de dureté mais aussi identifier les relations d'orientation qui se mettent en place entre les différentes phases : entre CFC et HC et entre CFC et α'CC.

Pour l'étude en fatigue, un travail peut être développé pour d'un côté multiplier le nombre d'essais et appliquer aussi les critères de fatigue uniaxiale ou multiaxiale si on considère l'échelle locale ceci pour la prédiction de durée de vie sur un matériau monophasé, biphasé ou triphasé.

Il serait très intéressant enfin de faire une modélisation pour identifier les champs de contrainte en sous couches de la trace d'usure en tribologie et en bordure de fissure en fatigue, et ainsi corréler le niveau de contrainte avec l'endommagement par transformation de phases. L'application de ce type de calcul mécanique nous permettra d'appuyer le critère d'endommagement que nous avons défini.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [ABA11] M. Abareshi et E. Emadoddin, « Effect of retained austenite characteristics on fatigue behavior and tensile properties of transformation induced plasticity steel », *Materials & Design*, vol. 32, n° 10, p. 5099-5105, déc. 2011, doi: [10.1016/j.matdes.2011.06.018](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.06.018).
- [ACH16] T. L. Achmad, W. Fu, H. Chen, C. Zhang, et Z.-G. Yang, « First-principles calculations of generalized-stacking-fault-energy of Co-based alloys », *Computational Materials Science*, vol. 121, p. 86-96, août 2016, doi: [10.1016/j.commatsci.2016.04.031](https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2016.04.031).
- [ACH17] T. L. Achmad, W. Fu, H. Chen, C. Zhang, et Z.-G. Yang, « Effects of alloying elements concentrations and temperatures on the stacking fault energies of Co-based alloys by computational thermodynamic approach and first-principles calculations », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 694, p. 1265-1279, févr. 2017, doi: [10.1016/j.jallcom.2016.10.113](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.113).
- [AND19] O. Andreau *et al.*, « Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 264, p. 21-31, févr. 2019, doi: [10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.08.049).
- [ATA89] S. Atamert et H. K. D. H. Bhadeshia, « Comparison of the microstructures and abrasive wear properties of stellite hardfacing alloys deposited by arc welding and laser cladding », *Metallurgical Transactions A*, vol. 20, n° 6, p. 1037-1054, juin 1989, doi: [10.1007/BF02650140](https://doi.org/10.1007/BF02650140).
- [BAE20] K. C. Bae, K. S. Ha, Y. H. Kim, J.-J. Oak, W. Lee, et Y. H. Park, « Building direction dependence of wear resistance of selective laser melted AISI 316L stainless steel under high-speed tribological environment », *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 108, n° 7, p. 2385-2396, juin 2020, doi: [10.1007/s00170-020-05572-8](https://doi.org/10.1007/s00170-020-05572-8).
- [BAT60] E.-U. Battelle memorial institute, *Cobalt monograph*. Bruxelles: Centre d'information du cobalt, 1960.
- [BAU16] E. Baustert, *Fabrication additive*, Mis à jour le 5 janvier 2016. La Plaine-Saint-Denis: AFNOR, 2016.
- [BEN11] M. L. Benson, P. K. Liaw, H. Choo, D. W. Brown, M. R. Daymond, et D. L. Klarstrom, « Strain-induced phase transformation in a cobalt-based superalloy during different loading modes », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, n° 18, p. 6051-6058, juill. 2011, doi: [10.1016/j.msea.2011.03.096](https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.03.096).
- [BOH15] R. G. Bohatch *et al.*, « Influence of Processing on the Microstructure and Properties of CoCrMoSi Alloy PTA Coatings », *Soldagem & Inspeção*, vol. 20, n° 2, p. 219-227, juin 2015, doi: [10.1590/0104-9224/SI2002.09](https://doi.org/10.1590/0104-9224/SI2002.09).
- [BUN82] H.-J. Bunge et P. R. Morris, *Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods*, English ed. édition. London ; Boston: Butterworth-Heinemann Ltd, 1982.
- [CABthèse15] E. Cabrol, « Étude et compréhension des mécanismes d'endommagement de surface de matrices de forgeage à chaud rechargées », These de doctorat, Ecole nationale des Mines d'Albi-Carmaux, 2015. [En ligne] Disponible sur: <https://www.theses.fr/2015EMAC0012>

[CAB15] E. Cabrol, C. Boher, V. Vidal, F. Rézaï-Aria, et F. Touratier, « Plastic strain of cobalt-based hardfacings under friction loading », *Wear*, vol. 330-331, p. 354-363, mai 2015, doi: [10.1016/j.wear.2015.01.082](https://doi.org/10.1016/j.wear.2015.01.082).

[CAB19] E. Cabrol, C. Boher, V. Vidal, F. Rezaï-Aria, et F. Touratier, « A correlation between tribological behavior and crystal structure of cobalt-based hardfacings », *Wear*, vol. 426-427, p. 996-1007, avr. 2019, doi: [10.1016/j.wear.2019.01.091](https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.01.091).

[CHE17] Z. W. Chen, M. a. L. Phan, et K. Darvish, « Grain growth during selective laser melting of a Co-Cr-Mo alloy », *J. Mater. Sci.*, vol. 52, n° 12, p. 7415-7427, juin 2017, doi: [10.1007/s10853-017-0975-z](https://doi.org/10.1007/s10853-017-0975-z).

[CHE18] Q. Chen, G. Guillemot, C.-A. Gandin, et M. Bellet, « Numerical modelling of the impact of energy distribution and Marangoni surface tension on track shape in selective laser melting of ceramic material », *Additive Manufacturing*, vol. 21, p. 713-723, mai 2018, doi: [10.1016/j.addma.2018.03.003](https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.03.003)

[CHE19] J. Chen, Y. Yang, C. Song, M. Zhang, S. Wu, et D. Wang, « Interfacial microstructure and mechanical properties of 316L/CuSn10 multi-material bimetallic structure fabricated by selective laser melting », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 752, p. 75-85, avr. 2019, doi: [10.1016/j.msea.2019.02.097](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.097).

[COL21] Site web « Collection of Phase Diagrams ».

https://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?xlabel=&ylabel=&maxx=1&minx=0&maxy=2500&miny=300&calc=1&file=Co-Fe.jpg&y=&cat=st&dir=FSstel&lang=&type=b&coords=?456,201.
(consulté le juin 11, 2021).

[COR10] A. Cornet et F. Hlawka, Propriétés et comportements des matériaux: du microscopique au macroscopique, Nouvelle édition. Paris: Ellipses, 2010.

[COP68] S. M. Copley et B. H. Kear, « The dependence of the width of a dissociated dislocation on dislocation velocity », *Acta Metallurgica*, vol. 16, n° 2, p. 227-231, févr. 1968, doi: [10.1016/0001-6160\(68\)90118-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(68)90118-1).

[CRA79] J. Crank et E. P. J. Crank, *The Mathematics of Diffusion*. Clarendon Press, 1979.

[DAF04] C. Daffos, « Endommagement des outillages de forgeage traités par nitruration : Etude et modélisation », These de doctorat, Toulouse, INSA, 2004. Consulté le: janv. 31, 2021. [En ligne] Disponible sur: <http://www.theses.fr/2004ISAT0038>

[DAR18] K. Darvish, Z. W. Chen, M. A. L. Phan, et T. Pasang, « Selective laser melting of Co-29Cr-6Mo alloy with laser power 180–360W: Cellular growth, intercellular spacing and the related thermal condition », *Materials Characterization*, vol. 135, p. 183-191, janv. 2018, doi: [10.1016/j.matchar.2017.11.042](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.11.042).

[DAV16] A. Davydova *et al.*, « Selective laser melting of boron carbide particles coated by a cobalt-based metal layer », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 229, p. 361-366, mars 2016, doi: [10.1016/j.jmatprotec.2015.09.033](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.09.033).

[DAV00] J. R. Davis, *Nickel, cobalt, and their alloys*. Materials Park, OH: ASM International, 2000. pages 356-364.

- [DEL09] F. Delamare, « Aux origines des bleus de cobalt : les débuts de la fabrication du saffre et du smalt en Europe occidentale », *Comptes rendus des séances de l'Académie des Inscriptions et Belles-Lettres*, vol. 153, n° 1, p. 297-315, 2009, doi: [10.3406/crai.2009.92472](https://doi.org/10.3406/crai.2009.92472).
- [DIC69] M. J. Dickson, « The significance of texture parameters in phase analysis by X-ray diffraction », *Journal of Applied Crystallography*, vol. 2, n° 4, p. 176-180, 1969, doi: <https://doi.org/10.1107/S0021889869006881>.
- [DOS20] C. dos Santos, A. F. Habibe, B. G. Simba, J. F. Cardoso Lins, B. X. de Freitas, et C. A. Nunes, « CoCrMo-base Alloys for Dental Applications Obtained by Selective laser melting (SLM) and CAD/CAM Milling », *Mater. Res.-Ibero-am. J. Mater.*, vol. 23, n° 2, p. e20190599, 2020, doi: [10.1590/1980-5373-MR-2019-0599](https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2019-0599).
- [DU19] Y. Du, X. You, F. Qiao, L. Guo, et Z. Liu, « A model for predicting the temperature field during selective laser melting », *Results in Physics*, vol. 12, p. 52-60, mars 2019, doi: [10.1016/j.rinp.2018.11.031](https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.11.031).
- [DU21] L. Du, G. Qian, L. Zheng, et Y. Hong, « Influence of processing parameters of selective laser melting on high-cycle and very-high-cycle fatigue behaviour of Ti-6Al-4V », *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 44, n° 1, p. 240-256, 2021, doi: [10.1111/ffe.13361](https://doi.org/10.1111/ffe.13361).
- [EFE19] T. Efe, N. Sengun, S. Demirdag, K. Tufekci, et R. Altindag, « Effect of Sample Dimension on Three and Four Points Bending Tests of Fine Crystalline Marble and its Relationship with Direct Tensile Strength », *IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci.*, vol. 221, p. 012093, mars 2019, doi: [10.1088/1755-1315/221/1/012093](https://doi.org/10.1088/1755-1315/221/1/012093).
- [EUB60] E.-U. Battelle memorial institute, *Cobalt monograph*. Bruxelles: Centre d'information du cobalt, 1960.
- [GAN10] P. Ganesh et al., « Fatigue and fracture toughness characteristics of laser rapid manufactured Inconel 625 structures », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, n° 29, p. 7490-7497, nov. 2010, doi: [10.1016/j.msea.2010.08.034](https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.08.034).
- [GAN17] Z. Gan, G. Yu, X. He, et S. Li, « Numerical simulation of thermal behavior and multicomponent mass transfer in direct laser deposition of Co-base alloy on steel », *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 104, p. 28-38, janv. 2017, doi: [10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.08.049](https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2016.08.049).
- [GIE12] M. Gieras, « Computational study of a combustion process in a turbine engine combustor », *Archivum Combustionis*, janv. 2012.
- [GRA19] K. Graf et al., « Effect of Dilution on the Microstructure and Properties of CoCrMoSi alloy Coatings Processed on High-Carbon Substrate », *Materials Research*, vol. 22, n° 1, 2019, doi: [10.1590/1980-5373-mr-2018-0502](https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2018-0502).
- [GUL77] A. P. Gulyaev et M. A. Guzovskaya, « Martensitic transformation in iron », *Met Sci Heat Treat*, vol. 19, n° 6, p. 425-428, juin 1977, doi: [10.1007/BF00713074](https://doi.org/10.1007/BF00713074).
- [HAB79] L. Habraken, « Propriétés du cobalt et de ses alliages », Ref : TIP551WEB - « Étude et propriétés des métaux », janv. 10, 1979. <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-etudes-et-proprietes-des-metiaux-tiamb/archive-1/proprietes-du-cobalt-et-de-ses-alliages-m505/> (consulté le avr. 30, 2018).

- [HAT20] S. Hatami, T. Ma, T. Vuoristo, J. Bertilsson, et O. Lyckfeldt, « Fatigue Strength of 316 L Stainless Steel Manufactured by Selective Laser Melting », *J. of Materi Eng and Perform*, vol. 29, n° 5, p. 3183-3194, mai 2020, doi: [10.1007/s11665-020-04859-x](https://doi.org/10.1007/s11665-020-04859-x).
- [HON16] M.-H. Hong, B. Min, et T.-Y. Kwon, « The Influence of Process Parameters on the Surface Roughness of a 3D-Printed Co–Cr Dental Alloy Produced via Selective Laser Melting », *Applied Sciences*, vol. 6, n° 12, p. 401, déc. 2016, doi: [10.3390/app6120401](https://doi.org/10.3390/app6120401).
- [HOR12] T. J. Horn et O. L. A. Harrysson, « Overview of current additive manufacturing technologies and selected applications », *Sci Prog*, vol. 95, n° Pt 3, p. 255-282, 2012, doi: [10.3184/003685012X13420984463047](https://doi.org/10.3184/003685012X13420984463047).
- [HOU17] Š. Houdková, Z. Pala, E. Smazalová, M. Vostřák, et Z. Česánek, « Microstructure and sliding wear properties of HVOF sprayed, laser remelted and laser clad Stellite 6 coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 318, p. 129-141, mai 2017, doi: [10.1016/j.surfcoat.2016.09.012](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.09.012).
- [HUA99] P. Huang et H. F. López, « Athermal ϵ -martensite in a Co–Cr–Mo alloy: grain size effects », *Materials Letters*, vol. 39, n° 4, p. 249-253, mai 1999, doi: [10.1016/S0167-577X\(99\)00022-1](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(99)00022-1).
- [HUT15] N. Hutasoit, V. Luzin, A. Blicblau, W. Yan, M. Brandt, et R. Cottam, « Fatigue life of laser clad hardfacing alloys on AISI 4130 steel under rotary bending fatigue test », *International Journal of Fatigue*, vol. 72, p. 42-52, mars 2015, doi: [10.1016/j.ijfatigue.2014.11.001](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2014.11.001).
- [ISH90] K. Ishida et T. Nishizawa, « The Co-Cr (Cobalt-Chromium) system », *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, vol. 11, n° 4, p. 357-370, août 1990, doi: [10.1007/BF02843315](https://doi.org/10.1007/BF02843315).
- [KAS08] H. Kashani, M. Laridjani, A. Amadeh, M. Khodaghali, et S. Ahmadzadeh, « The influence of volumetric dilution on the strain induced $\gamma \rightarrow \epsilon$ martensitic transformation in GTAW processed Co–Cr–Mo alloy », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 478, p. 38-42, avr. 2008, doi: [10.1016/j.msea.2007.05.061](https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.05.061).
- [KAH17] M. Kahlin, H. Ansell, et J. J. Moverare, « Fatigue behaviour of notched additive manufactured Ti6Al4V with as-built surfaces », *International Journal of Fatigue*, vol. 101, p. 51-60, août 2017, doi: [10.1016/j.ijfatigue.2017.04.009](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.04.009).
- [KAJ16] Y. Kajima *et al.*, « Fatigue strength of Co-Cr-Mo alloy clasps prepared by selective laser melting », *J Mech Behav Biomed Mater*, vol. 59, p. 446-458, 2016, doi: [10.1016/j.jmbbm.2016.02.032](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2016.02.032).
- [KAN72] K. Kanaya et S. Okayama, « Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets », *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 5, no 1, p. 43-58, janv. 1972, doi: [10.1088/0022-3727/5/1/308](https://doi.org/10.1088/0022-3727/5/1/308).
- [KHU16] Yu. V. Khudorozhkova, I. S. Kamantsev, et S. V. Burov, « The features of phase transformations and structural changes in steels with stable and metastable austenite under fatigue loading », Ekaterinburg, Russia, 2016, p. 040025. doi: [10.1063/1.4967082](https://doi.org/10.1063/1.4967082).
- [KIN14] W. E. King et al., « Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 214, no 12, p. 2915-2925, déc. 2014, doi: [10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005).
- [KUM20] P. Kumar, S. Msolli, M. H. Jhon, et U. Ramamurty, « Fatigue in multilayered steels », *Scripta Materialia*, vol. 184, p. 34-40, juill. 2020, doi: [10.1016/j.scriptamat.2020.03.052](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.03.052).

[KUR98] W. Kurz, *Fundamentals of solidification*, 4th revised edition. Zurich: Trans Tech Publications, 1998.

[KUS14] A. Kusmoko, D. Dunne, H. Li, et D. Nolan, « Effect of Two Different Energy Inputs for Laser Cladding of Stellite 6 on P91 and P22 Steel Substrates », *Procedia Materials Science*, vol. 6, p. 26-36, janv. 2014, doi: [10.1016/j.mspro.2014.07.005](https://doi.org/10.1016/j.mspro.2014.07.005).

[LAV16] F. LAVERNE, F. SEGONDS, et P. DUBOIS, « Fabrication additive - Principes généraux », *Ref : TIP153WEB - « Travail des matériaux - Assemblage »*, 10-févr-2016. [En ligne] Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/fabrication-additive-impression-3d-42633210/fabrication-additive-bm7017/>

[LEE-Y19] Y.-S. Lee, K. Ishikawa, et M. Okayasu, « Influence of Strain Induced Martensite Formation of Austenitic Stainless Steel on Wear Properties », *Met. Mater. Int.*, vol. 25, n° 3, p. 705-712, mai 2019, doi: [10.1007/s12540-018-00229-4](https://doi.org/10.1007/s12540-018-00229-4).

[LEE-H19] H. W. Lee, K.-H. Jung, S.-K. Hwang, S.-H. Kang, et D.-K. Kim, « Microstructure and mechanical anisotropy of CoCrW alloy processed by selective laser melting », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 749, p. 65-73, mars 2019, doi: [10.1016/j.msea.2019.02.013](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.013).

[LEW99] D. B. Lewis *et al.*, « The influence of the yttrium content on the structure and properties of Ti1-x-y-zAlxCrYzN PVD hard coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 114, n° 2, p. 187-199, mai 1999, doi: [10.1016/S0257-8972\(99\)00047-X](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00047-X).

[LIU-Y18] Y. J. Liu, Z. Liu, Y. Jiang, G. W. Wang, Y. Yang, et L. C. Zhang, « Gradient in microstructure and mechanical property of selective laser melted AlSi10Mg », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 735, p. 1414-1421, févr. 2018, doi: [10.1016/j.jallcom.2017.11.020](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.11.020).

[LIU18] Y. Liu, J. Zhang, et Z. Pang, « Numerical and experimental investigation into the subsequent thermal cycling during selective laser melting of multi-layer 316L stainless steel », *Optics & Laser Technology*, vol. 98, p. 23-32, janv. 2018, doi: [10.1016/j.optlastec.2017.07.034](https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2017.07.034).

[LIU19] B. Liu, B.-Q. Li, Z. Li, P. Bai, Y. Wang, et Z. Kuai, « Numerical investigation on heat transfer of multi-laser processing during selective laser melting of AlSi10Mg », *Results in Physics*, vol. 12, p. 454-459, mars 2019, doi: [10.1016/j.rinp.2018.11.075](https://doi.org/10.1016/j.rinp.2018.11.075).

[LIV16] E. Liverani *et al.*, « Fabrication of Co–Cr–Mo endoprosthetic ankle devices by means of Selective Laser Melting (SLM) », *Materials & Design*, vol. 106, p. 60-68, sept. 2016, doi: [10.1016/j.matdes.2016.05.083](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.083).

[LOH15] L.-E. Loh *et al.*, « Numerical investigation and an effective modelling on the Selective Laser Melting (SLM) process with aluminium alloy 6061 », *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 80, p. 288-300, janv. 2015, doi: [10.1016/j.ijheatmasstransfer.2014.09.014](https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2014.09.014).

[LUO20] Z. Luo et Y. Zhao, « Efficient thermal finite element modeling of selective laser melting of Inconel 718 », *Comput Mech*, vol. 65, n° 3, p. 763-787, mars 2020, doi: [10.1007/s00466-019-01794-0](https://doi.org/10.1007/s00466-019-01794-0).

[MAR00] J.-L. Martin, *Dislocations et plasticité des cristaux*. PPUR presses polytechniques, 2000.

[MIN16] H. W. Mindt, M. Megahed, N. P. Lavery, M. A. Holmes, et S. G. R. Brown, « Powder Bed Layer Characteristics: The Overseen First-Order Process Input », *Metall and Mat Trans A*, vol. 47, n° 8, p. 3811-3822, août 2016, doi: [10.1007/s11661-016-3470-2](https://doi.org/10.1007/s11661-016-3470-2).

- [MIR19] A. K. Mishra et A. Kumar, « Numerical and experimental analysis of the effect of volumetric energy absorption in powder layer on thermal-fluidic transport in selective laser melting of Ti6Al4V », *Optics & Laser Technology*, vol. 111, p. 227-239, avr. 2019, doi: 10.1016/j.optlastec.2018.09.054.
- [MOH20] G. Mohr, S. J. Altenburg, et K. Hilgenberg, « Effects of inter layer time and build height on resulting properties of 316L stainless steel processed by laser powder bed fusion », *Additive Manufacturing*, vol. 32, p. 101080, mars 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101080.
- [MRO80] S. Mrowec, *Defects and diffusion in solids: an introduction*. Amsterdam Oxford New york Warszawa: Elsevier PWN, 1980.
- [MUG18] L. Mugwagwa, D. Dimitrov, S. Matope, et I. Yadroitsev, « Influence of process parameters on residual stress related distortions in selective laser melting », *Procedia Manufacturing*, vol. 21, p. 92-99, janv. 2018, doi: [10.1016/j.promfg.2018.02.099](https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.02.099).
- [NIS78] Z. Nishiyama, M. E. Fine, M. Meshii, et C. M. Wayman, *Martensitic transformation*. New York: Academic Press, 1978. P. 49-50.
- [OBA17] A.-F. OBATON, « Fabrication additive : contrôles », *Ref : TIP153WEB - « Travail des matériaux - Assemblage »*, 10-avr-2017. [En ligne] Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/fabrication-additive-impression-3d-42633210/fabrication-additive-controles-bm7950/>
- [OCE07] V. Ocelík, U. de Oliveira, M. de Boer, et J. T. M. de Hosson, « Thick Co-based coating on cast iron by side laser cladding: Analysis of processing conditions and coating properties », *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, n° 12, p. 5875-5883, mars 2007, doi: [10.1016/j.surfcoat.2006.10.044](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.10.044).
- [OH07] J. S. Oh, J. Komotori, J. I. Song, et T. G. Kim, « Effect of Fusing Treatment on Fatigue Strength of Thermally Sprayed Steels with Co-Based Self-Fluxing Alloy Coating », *Key Engineering Materials*, vol. 353-358, p. 335-338, 2007, doi: [10.4028/www.scientific.net/KEM.353-358.335](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.353-358.335).
- [OIK02] Oikawa, G.-W. Qin, T. Ikeshoji, R. Kainuma, et K. Ishida, « Direct evidence of magnetically induced phase separation in the fcc phase and thermodynamic calculations of phase equilibria of the Co-Cr system », *Acta Materialia*, vol. 50, n° 9, p. 2223-2232, mai 2002, doi: [10.1016/S1359-6454\(01\)00433-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00433-5).
- [PAR54] L. G. Parratt, « Surface Studies of Solids by Total Reflection of X-Rays », *Phys. Rev.*, vol. 95, n° 2, p. 359-369, juill. 1954, doi: 10.1103/PhysRev.95.359.
- [PAU86] L. Pauling et B. Kamb, « A revised set of values of single-bond radii derived from the observed interatomic distances in metals by correction for bond number and resonance energy », *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.*, vol. 83, n° 11, p. 3569-3571, juin 1986.
- [PER-A03] D. H. E. Persson, S. Jacobson, et S. Hogmark, « Antigalling and low friction properties of a laser processed Co-based material », *Journal of Laser Applications*, vol. 15, n° 2, p. 115-119, avr. 2003, doi: 10.2351/1.1514218.
- [PER-T03] D. H. E. Persson, S. Jacobson, et S. Hogmark, « The influence of phase transformations and oxidation on the galling resistance and low friction behaviour of a laser processed Co-based alloy », *Wear*, vol. 254, n° 11, p. 1134-1140, oct. 2003, doi: 10.1016/S0043-1648(03)00325-9.

- [PIL16] S. Pillot, « Fusion laser sélective de lit de poudres métalliques », *Ref : TIP153WEB - « Travail des matériaux - Assemblage »*, 10-févr-2016. [En ligne] Disponible sur: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/fabrication-additive-impression-3d-42633210/fusion-laser-selective-de-lit-de-poudres-metalliques-bm7900/>.
- [QIA15] B. Qian, K. Saeidi, L. Kvetková, F. Lofaj, C. Xiao, et Z. Shen, « Defects-tolerant Co-Cr-Mo dental alloys prepared by selective laser melting », *Dental Materials*, vol. 31, n° 12, p. 1435-1444, déc. 2015, doi: [10.1016/j.dental.2015.09.003](https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.09.003).
- [RAH17] M. Rahm, R. Hoffmann, et N. W. Ashcroft, « Corrigendum: Atomic and Ionic Radii of Elements 1–96 », *Chemistry – A European Journal*, vol. 23, n° 16, p. 4017-4017, mars 2017, doi: [10.1002/chem.201700610](https://doi.org/10.1002/chem.201700610).
- [SCH14] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, et D. P. Field, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, 2nd ed. 2009 édition. Springer, 2014.
- [SEK19] E. Seki *et al.*, « Effect of heat treatment on the microstructure and fatigue strength of CoCrMo alloys fabricated by selective laser melting », *Materials Letters*, vol. 245, p. 53-56, juin 2019, doi: [10.1016/j.matlet.2019.02.085](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.02.085).
- [SHA11] M. Shahzad, « Influence de la rugosité et des traitements d'anodisation sur la tenue en fatigue des alliages d'aluminium aéronautiques 2214 et 7050 », Thèse de doctorat, Toulouse, ISAE, 2011. Consulté le: mai 19, 2021. [En ligne] disponible sur: <http://www.theses.fr/2011ESAE0004>
- [SHU19] F. Shu *et al.*, « Effects of laser power on microstructure and properties of laser clad CoCrBFeNiSi high-entropy alloy amorphous coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 358, p. 667-675, janv. 2019, doi: [10.1016/j.surfcoat.2018.10.086](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.10.086).
- [SHU20] K. Shukla, A. A. Sugumaran, I. Khan, A. P. Ehasarian, et P. E. Hovsepian, « Low pressure plasma nitrided CoCrMo alloy utilising HIPIMS discharge for biomedical applications », *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 111, p. 104004, nov. 2020, doi: [10.1016/j.jmbbm.2020.104004](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2020.104004).
- [SIG83] D. Sigler, M. C. Montpetit, et W. L. Haworth, « Metallography of fatigue crack initiation in an overaged high-strength aluminum alloy », *Metal Mater Trans A*, vol. 14, n° 4, p. 931-938, avr. 1983, doi: [10.1007/BF02644299](https://doi.org/10.1007/BF02644299).
- [SIM87] C. T. Sims, N. S. Stoloff, et W. C. Hagel, *Superalloys II*. New York Chichester Brisbane (etc): J. Wiley & Sons, 1987.
- [SLO14] J. A. Slotwinski, « Additive manufacturing: Overview and NDE challenges », 2014, p. 1173-1177. doi: [10.1063/1.4864953](https://doi.org/10.1063/1.4864953).
- [SNY13] R. L. Snyder, « The Use of Reference Intensity Ratios in X-Ray Quantitative Analysis », *Powder Diffraction*, vol. 7, n° 4, p. 186-193, déc. 1992, doi: [10.1017/S0885715600018686](https://doi.org/10.1017/S0885715600018686).
- [SON18] C. Song, M. Zhang, Y. Yang, D. Wang, et Y. Jia-kuo, « Morphology and properties of CoCrMo parts fabricated by selective laser melting », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 713, p. 206-213, janv. 2018, doi: [10.1016/j.msea.2017.12.035](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.035).

- [SUZ77] T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto, et M. Ichihara, « An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel », *Acta Metallurgica*, vol. 25, n° 10, p. 1151-1162, oct. 1977, doi: [10.1016/0001-6160\(77\)90202-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90202-4).
- [TAK13] A. Takaichi *et al.*, « Microstructures and mechanical properties of Co–29Cr–6Mo alloy fabricated by selective laser melting process for dental applications », *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 21, p. 67-76, mai 2013, doi: [10.1016/j.jmbbm.2013.01.021](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2013.01.021).
- [TAN18] C. Tan, K. Zhou, W. Ma, et L. Min, « Interfacial characteristic and mechanical performance of maraging steel-copper functional bimetal produced by selective laser melting based hybrid manufacture », *Materials & Design*, vol. 155, p. 77-85, oct. 2018, doi: [10.1016/j.matdes.2018.05.064](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.05.064).
- [TAR15] T. V. Tarasova, A. P. Nazarov, et M. V. Prokof'ev, « Effect of the regimes of selective laser melting on the structure and physicomechanical properties of cobalt-base superalloys », *Phys. Metals Metallogr.*, vol. 116, n° 6, p. 601-605, juin 2015, doi: [10.1134/S0031918X15060101](https://doi.org/10.1134/S0031918X15060101).
- [THO15] S. M. Thompson, L. Bian, N. Shamsaei, et A. Yadollahi, « An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part I: Transport phenomena, modeling and diagnostics », *Additive Manufacturing*, vol. 8, p. 36-62, oct. 2015, doi: [10.1016/j.addma.2015.07.001](https://doi.org/10.1016/j.addma.2015.07.001).
- [TIA17] L.-Y. Tian, R. Lizárraga, H. Larsson, E. Holmström, et L. Vitos, « A first principles study of the stacking fault energies for fcc Co-based binary alloys », *Acta Materialia*, vol. 136, p. 215-223, sept. 2017, doi: [10.1016/j.actamat.2017.07.010](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.07.010).
- [TUO14] J. Tuominen *et al.*, « Fatigue behavior of laser clad round steel bars », *Journal of Laser Applications*, vol. 27, n° 1, p. 012006, déc. 2014, doi: [10.2351/1.4903351](https://doi.org/10.2351/1.4903351).
- [TOU19] A. Toudmir « Etude de l'influence du champ thermique généré par l'interaction faisceau laser matière sur la microstructure des revêtements en alliage de cobalts élaborés par SLM », rapport de stage M2, ICA Albi, IMT Mines Albi 2019.
- [VAN04] G. F. Vander Voort, Metallography and microstructure. V9. *ASM handbook*. Materials Park, Ohio: ASM International, 2004.
- [WAN11] G. Y. Wang, P. K. Liaw, Y. Yokoyama, et A. Inoue, « Size effects on the fatigue behavior of bulk metallic glasses », *Journal of Applied Physics*, vol. 110, n° 11, p. 113507, déc. 2011, doi: [10.1063/1.3664846](https://doi.org/10.1063/1.3664846).
- [WAN18] H. Wang, J. Xu, Z. NIE, W. Ma, Q. Zhang, et L. Guo, « Preparation and properties of Co–Cr alloy denture by selective laser melting », *Mater. Res. Express*, vol. 6, n° 2, p. 026552, nov. 2018, doi: [10.1088/2053-1591/aaee5d](https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaee5d).
- [WAN20] H. Y. Wan *et al.*, « Effects of surface roughness and build thickness on fatigue properties of selective laser melted Inconel 718 at 650 °C », *International Journal of Fatigue*, vol. 137, p. 105654, août 2020, doi: [10.1016/j.ijfatigue.2020.105654](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.105654).
- [WIE11] M. E. Wieser *et al.*, « Atomic weights of the elements 2011 (IUPAC Technical Report) », *Pure and Applied Chemistry*, vol. 85, n° 5, p. 1047-1078, avr. 2013, doi: [10.1351/PAC-REP-13-03-02](https://doi.org/10.1351/PAC-REP-13-03-02).
- [WIS19] T. M. Wischeropp, C. Emmelmann, M. Brandt, et A. Pateras, « Measurement of actual powder layer height and packing density in a single layer in selective laser melting », *Additive Manufacturing*, vol. 28, p. 176-183, août 2019, doi: [10.1016/j.addma.2019.04.019](https://doi.org/10.1016/j.addma.2019.04.019).

- [WRI11] S. I. Wright, M. M. Nowell, et D. P. Field, « A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction », *Microscopy and Microanalysis*, vol. 17, n° 3, p. 316-329, juin 2011, doi: [10.1017/S1431927611000055](https://doi.org/10.1017/S1431927611000055).
- [YAN19] Y. Yang, Y. Zhu, M. M. Khonsari, et H. Yang, « Wear anisotropy of selective laser melted 316L stainless steel », *Wear*, vol. 428-429, p. 376-386, juin 2019, doi: [10.1016/j.wear.2019.04.001](https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.04.001).
- [YAP15] C. Y. Yap *et al.*, « Review of selective laser melting: Materials and applications », *Applied Physics Reviews*, vol. 2, n° 4, p. 041101, déc. 2015, doi: [10.1063/1.4935926](https://doi.org/10.1063/1.4935926).
- [ZHA17] L. Zhang, C. Wang, L. Han, et C. Dong, « Influence of laser power on microstructure and properties of laser clad Co-based amorphous composite coatings », *Surfaces and Interfaces*, vol. 6, p. 18-23, mars 2017, doi: [10.1016/j.surfin.2016.11.006](https://doi.org/10.1016/j.surfin.2016.11.006).
- [ZHA19] Y. Zhao, Y. Koizumi, K. Aoyagi, D. Wei, K. Yamanaka, et A. Chiba, « Molten pool behavior and effect of fluid flow on solidification conditions in selective electron beam melting (SEBM) of a biomedical Co-Cr-Mo alloy », *Additive Manufacturing*, vol. 26, p. 202-214, mars 2019, doi: [10.1016/j.addma.2018.12.002](https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.12.002).
- [ZHA21] K. Zhang *et al.*, « Correlation of textures and hemming performance of an AA6XXX aluminium alloy », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 853, p. 157081, févr. 2021, doi: [10.1016/j.jallcom.2020.157081](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157081).
- [ZHO19] L. Zhou *et al.*, « Densification, microstructure evolution and fatigue behavior of Ti-13Nb-13Zr alloy processed by selective laser melting », *Powder Technology*, vol. 342, p. 11-23, janv. 2019, doi: [10.1016/j.powtec.2018.09.073](https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.09.073).

ANNEXES

1. ANNEXE A : Paramètres SLM utilisés pour la poudre Cobalt

On présente dans ce qui suit les paramètres principaux de fabrication préconisés par le constructeur SLM Solution dans le cas de la poudre CoCrMo fournie par ce même constructeur.

Les vitesses et puissances du laser changent en fonction de la zone dans l'objet 3D en construction. Ces paramètres sont donc différents entre le cœur de la pièce, les bords, la coque et la coque inférieure. Ces différents paramètres sont présentés dans le Tableau Annexe 1 dans le cas de couches d'épaisseur 50 μm . Afin de faciliter l'étude, dans notre cas de figure, les paramètres du procédé sont laissés constants sur tout le volume du revêtement. L'angle de rotation est fixé à 60° afin de revenir à la même direction de passage du laser tous les 3 couches.

Tableau Annexe 1 : Paramètres laser préconisés par SLM Solutions

	Cœur de la pièce	Bords	Contour	Coque supérieur	Coque inférieure
Puissance (w)	275	100	150	100	100
Vitesse (mm/s)	800	300	450	100	1200
Hatching : Distance entre passes (μm)	120				
Angle de départ	45°				
Angle de rotation	67°				

2. ANNEXE B : Technique de mesure de l'émissivité

L'appareil de mesure utilisé pour l'émissivité est un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier BRUKER VERTEX 70 à transformée de Fourier (IRTF) montré en Figure Annexe 1 et d'une sphère intégrante à revêtement infragold montrée en Figure Annexe 2 permettant de couvrir la gamme spectrale 0.9 à 25 μm à l'aide d'un détecteur proche infrarouge InGaAs opérant entre 0.9 et 2 μm et un détecteur moyen infrarouge DLaTGS opérant entre 1,5 et 27 μm . Sur la Figure Annexe 2 est représenté un godet contenant la poudre CoCrMo avec un aspect gris dans le visible.

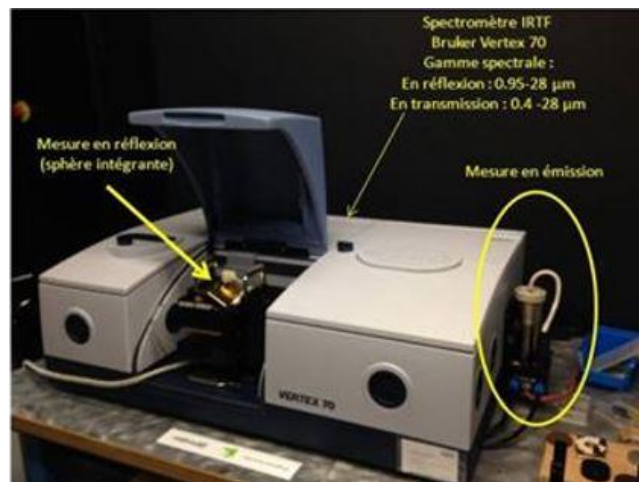


Figure Annexe 1 : Système de mesure de l'émissivité – spectromètre IRTF -sphère intégrante avec revêtement infragold

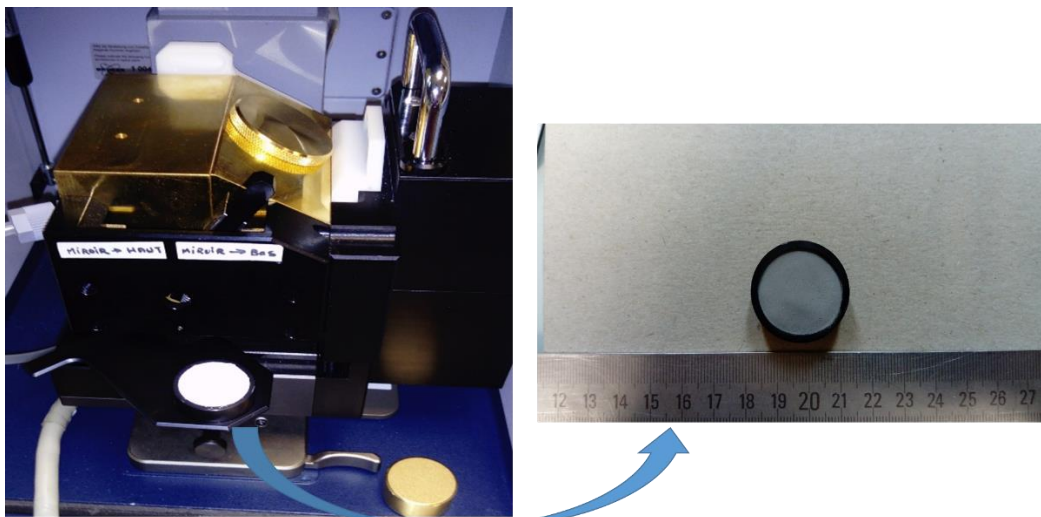


Figure Annexe 2 : a) Sphère intégrante avec revêtement infragold; b) Godet de poudre CoCrMo

La mesure de réflectivité s'effectue en deux temps :

- Avec la référence en infragold montée (le « blanc ») ou I/O
- Avec le godet de poudre à la place de référence : I

Le calcul de réflectivité est ensuite fait automatiquement par le spectromètre par le rapport I/I/O.

On mesure ainsi avec la sphère une **réflectivité normale-hémisphérique** spectrale ou $\rho_{i,\Omega,\lambda}$ où i est direction d'incidence du faisceau dans la sphère, Ω l'hémisphère d'intégration et λ la longueur d'onde.

On rappelle: $\alpha_{i,\lambda} + \tau_{i,\lambda} + \rho_{i,\Omega,\lambda} = 1$ (Eq B-1)

Pour un milieu opaque $\tau_{i,\lambda} = 0 \rightarrow \epsilon_{i,\lambda} = 1 - \rho_{i,\Omega,\lambda}$

On distingue l'émissivité spectrale de l'émissivité intégrée ayant la formule :

$$\epsilon(T) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \epsilon(\lambda, \Omega) L^0(\lambda, \Omega, T) d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L^0(\lambda, \Omega, T) d\lambda} \quad (\text{Eq B-2})$$

On remarque d'après cette formule que l'émissivité dans l'intégrale ne dépend pas de la température T car elle est mesurée via une approche indirecte, celle de la réflectivité mais à température ambiante. On ne calcule donc qu'un effet de pondération apportée par le déplacement de la courbe de Planck quand la température augmente.

3. ANNEXE C : Propriétés thermiques de la poudre

- Emissivité :

L'émissivité de la poudre a été mesurée afin d'intégrer cette grandeur dans le modèle numérique qui est donné en annexe A mais qui permet de dire que les températures du bain de fusion sont de l'ordre de 3500 K.

L'émissivité est par définition la quantité du flux de chaleur émis par la matière rapportée au flux de chaleur émis par le corps noir à la même température. Cette valeur est toujours inférieure à 1. La connaissance de l'émissivité de la poudre permet d'évaluer la puissance réelle absorbée par la poudre lors du lasage des couches par rapport à la puissance fournie par le laser. Pour ce faire, il est important de connaître l'absorptivité spectrale autour de la longueur d'onde du laser de la machine qui est de 1065 nm.

On a donc de manière générale :

$$\alpha + \rho + \tau = 1 \quad (\text{Eq C.1})$$

avec : α : l'absorptivité τ : la transmission ρ : la réflectivité

Pour le cas de la poudre CoCrMo, considérant que celle-ci est complètement opaque ce qui impliquerait que la transmission est nulle ($\tau=0$), il en résulte que :

$$\alpha = 1 - \rho \quad (\text{Eq C.2})$$

Aussi, à l'équilibre radiatif l'émissivité ϵ est égale à l'absorptivité α , donc la seule connaissance de la réflectivité permet de remonter à la valeur de l'émissivité comme suit :

$$\epsilon = 1 - \rho \quad (\text{Eq C.3})$$

la mesure d'émissivité spectrale a été réalisée sur un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier BRUKER VERTEX 70 (IRTF) et d'une sphère intégrante à revêtement infragold permettant de couvrir la gamme spectrale 0.9 à 25 μm . Les détails de la méthode d'analyse est présentée en annexe B. Au final, ce qui est mesurée par la sphère intégrante est la réflectivité normale sphérique spectrale $\rho_{i,\Omega,\lambda}$ avec i : la direction d'incidence, λ : la longueur d'onde, Ω : l'hémisphère d'intégration.

Sur la Figure Annexe 3 est montrée l'évolution de l'émissivité spectrale de la poudre CoCrMo en fonction de la longueur d'onde, cette émissivité est évaluée d'après 2 détecteurs : un détecteur InGaAs proche infrarouge (NIR) pour des longueurs d'onde allant de 0,9 à 2 μm et un autre détecteur DLaTGS moyen infrarouge (MIR) pour des longueurs d'onde entre 1,5 et 27 μm . La valeur rapportée de l'émissivité est une moyenne de 3 mesures pour NIR et pour MIR, la courbe complète est obtenue en fusionnant les deux tracés. On constate que l'émissivité est décroissante, tendance caractéristique des métalliques. Aux alentours de la longueur d'onde du laser (1065 nm), donc entre 1 et 1,1 μm , on remarque que l'émissivité est de l'ordre de 0,66.

L'émissivité intégrée sur toute la gamme spectrale [0,9 μm ; 25 μm] est par la suite estimée via la formule suivante :

$$\varepsilon(T) = \frac{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \varepsilon(\lambda, \Omega) \cdot L^0(\lambda, \Omega, T) \cdot d\lambda}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} L^0(\lambda, \Omega, T) \cdot d\lambda} \quad (\text{Eq C.4})$$

Où $L^0(\lambda, \Omega, T)$ est la luminance de Planck spectrale à la température T.

L'évolution de l'émissivité intégrée en fonction de la température est rapportée sur la Figure Annexe 4 entre 20°C et 1500°C sachant que la température de fusion de la poudre (alliage Co-29%Cr) est d'environ 1400°C d'après l'alliage Co- Cr (voir figure I.14 du chapitre 1).

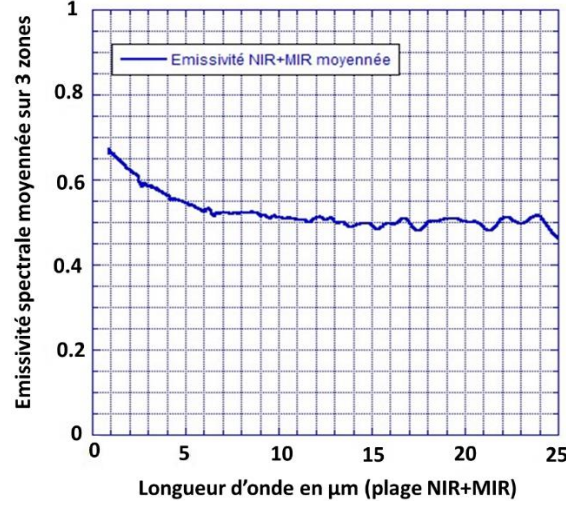


Figure Annexe 3 : Émissivité spectrale de la poudre CoCrMo en fonction de la longueur d'onde, NIR : détecteur proche infrarouge, MIR : Détecteur moyen infrarouge

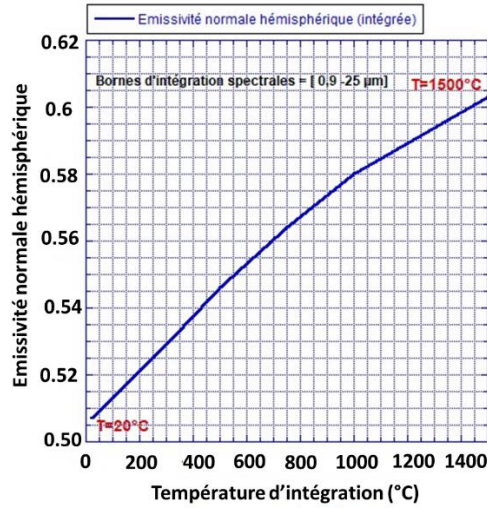


Figure Annexe 4 : Résultats de l'Émissivité de la poudre CoCrMo intégrée en fonction de la température

On remarque que la variation de l'émissivité intégrée entre 20 et 1500°C n'est que de $\frac{0,605-0,5}{0,5} \sim 20\%$ (du fait de la courbe relativement plate ou « grise » de l'émissivité). Cette courbe peut donc être exploitée a posteriori dans un calcul COMSOL pour corriger les pertes radiatives dans le calcul des champs thermiques après lasage.

Concernant le procédé SLM, si la poudre est considérée comme un système de surface S recevant une puissance radiative P alors à l'équilibre :

$$P = \varepsilon \cdot \sigma \cdot S \cdot (T^4 - T_{amb}^4) \quad (\text{Eq C.5})$$

Si $T > T_{amb}$ ce qui se passe au niveau de la zone fondue alors : Alors à P constante si l'émissivité passe de la valeur ε_1 (à froid) à ε_2 (à chaud), La température de la zone chauffée passe de T_1 à T_2 , avec le rapport $\frac{T_2}{T_1} = \sqrt[4]{\frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2}}$.

- Conductivité :

Plusieurs modèles de calculs de la conductivité thermique des milieux granulaires ont été développés dans de nombreuses études traitant du lit de poudre dans le procédé SLM, la conductivité est prise en fonction de la porosité du lit de poudre et la conductivité du solide. Suivant Mishra et al ainsi que Loh et al [MIS19, LOH15], la conductivité de la poudre s'écrit alors :

$$k_p = k_s(1 - \phi)^n \quad (\text{Eq C.6})$$

Avec $n=4$ pour [MIS19], k_s : la conductivité du solide. ϕ : le taux de porosité.

Dans le cas le plus simplifié, on a proposé d'utiliser un modèle de combinaison linéaire. Dans ce travail, le modèle est appliqué aux variations de la conductivité d'un mélange binaire [LIU19]. La formule de la conductivité s'écrit donc :

$$k_p = k_a \phi + k_s(1 - \phi) \quad .(\text{Eq C.7})$$

Avec k_a : la conductivité de l'air, k_s : la conductivité du solide, ϕ : le taux de porosité.

Ce qui donne, après calcul, la variation de la conductivité de la poudre en fonction de la température. Sur la Figure Annexe 5 est présentée la variation de la conductivité d'un massif en alliage CoCrMo sur une gamme de température allant de 273K à 3000 K.

On note que la conductivité pour un alliage CoCrMo s'écrit comme suit :

$$\begin{cases} k \text{ (w/m.k)} = 3,1 + 0.15 \times T(k), & T \leq 1598 \\ k \text{ (w/m.k)} = 154.58 - 0.077 \times T(k) & 1598 \leq T < 1754, \\ k \text{ (w/m.k)} = 13 & T > 1754 \end{cases}$$

Par ailleurs, La conductivité de l'air en fonction de la température est donnée, d'après [GIE12], comme suit :

$$\begin{cases} k \text{ (w/m.k)} = (T(k) + 20)^{0,635} - 13, & T \leq 1000 \\ k \text{ (w/m.k)} = 4.56 \times 10^{-14} \times T^4 - 2.55 \times 10^{-10} \times T^3 + 5.31 \times 10^{-7} \times T^2 - 0.42 \times 10^{-3} T + 167.90 \times 10^{-3}, & T > 1000 \end{cases}$$

On note que d'après l'équation (Eq C.8), le taux de porosité étant défini depuis la densité volumique du massif supposé complètement dense ρ_{massif} et celle de la poudre appelée densité verte ρ_{poudre} :

$$\phi = 1 - \frac{\rho_{poudre}}{\rho_{massif}} \quad \text{Eq C.8}$$

avec : $\rho_{massif} = 8.5 \text{ g/cm}^3$ trouvé dans la littérature pour CoCrMo [WAN18, DOS20].

$\rho_{poudre} = 5.1 \text{ g/cm}^3$ donnée par le fournisseur de la poudre (SLM Solutions).

Ce qui donne : $\phi = 1 - \frac{\rho_{poudre}}{\rho_{massif}} = 1 - \frac{5.1}{8.5} = 40 \%$

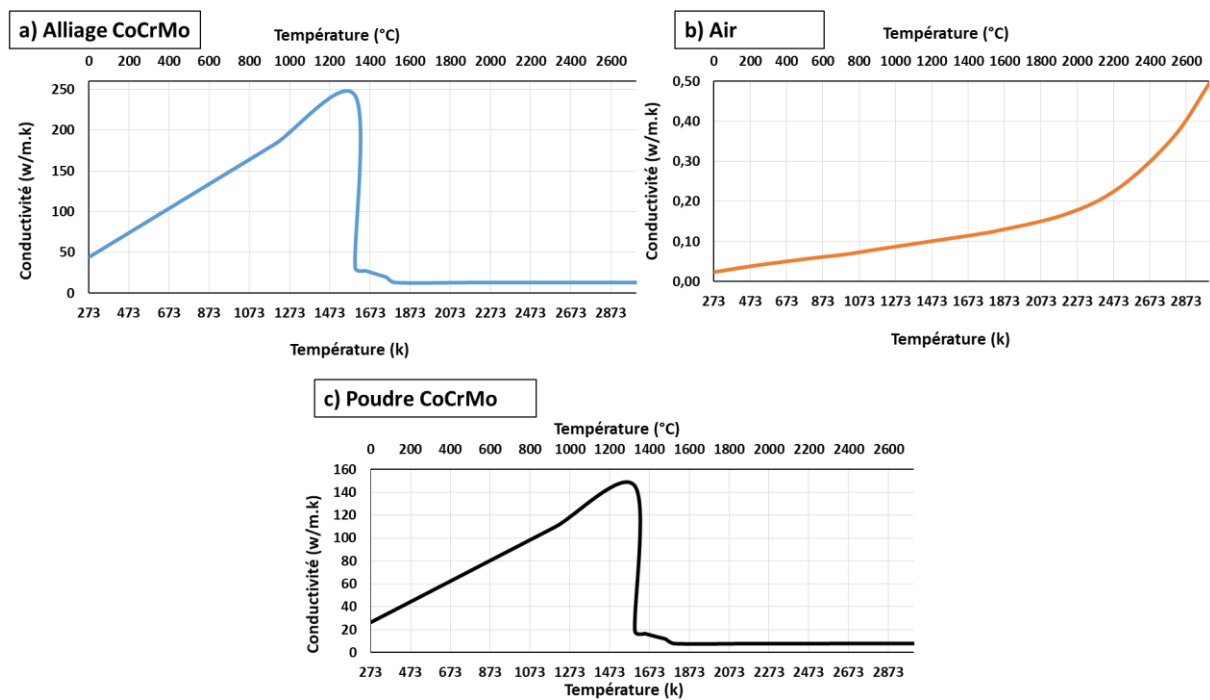


Figure Annexe 5 : Evolution de la conductivité en fonction de la température pour : a) l'alliage CoCrMo ; b) l'air ; c) la poudre CoCrMo.

4. ANNEXE D : Diffraction des rayons X - DRX

L'appareil utilisé est un diffractomètre "Panalytical X'Pert" avec un détecteur X'Celerator compatible qui possède un montage massif pour MPSS. L'appareil de diffraction possède une géométrie de type Bragg-Brentano est équipé d'un goniomètre en configuration Θ - Θ et un porte échantillon. La fente divergente qui régule la longueur irradiée sur la surface de l'échantillon.

- La fente soller ayant un impact sur la symétrie des pics et est choisie suivant la taille des cristallites et les distances inter-réticulaires.
- La fente anti-dispersion qui a pour rôle de minimiser la dispersion du faisceau incident au niveau de la fente de divergence afin de focaliser le faisceau directement dans le détecteur.
- La fente de réception, située après la fente anti-dispersion et impacte l'intensité et la résolution du spectre.

Il y a aussi un masque, qui est inséré dans l'emplacement dédié entre la fente divergente et l'échantillon, permettant de délimiter la taille de la zone à analyser dans le sens transverse par rapport à la vue de la Figure Annexe 6, les tailles disponibles pour les masques sont de : 5, 10, 15, et 20mm. La longueur dans le sens longitudinal est réglée sur le logiciel.

Dans toutes les caractérisations le rayonnement utilisé est du Cuivre $\text{K}\alpha_1$ monochromatique avec une longueur d'onde $\lambda=1.54 \text{ \AA}$. La tension d'accélération utilisée est de 40 kV pour une intensité de 45 mA.

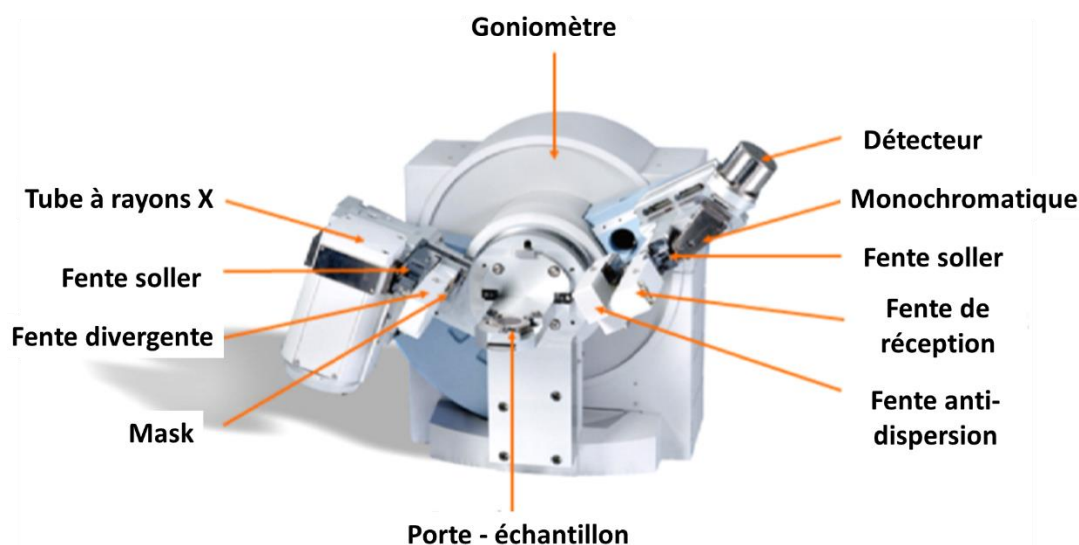


Figure Annexe 6 : Appareil DRX- Panalytical X'Pert avec sa Configuration Bragg-Brentano et ses différents composants.

Après interaction, dite élastique, du rayon X avec le réseau cristallin, il est diffracté de telle sorte que le rayonnement conserve sa cohérence.

Les deux conditions de diffraction devant être vérifiées sont :

-La loi de Bragg : les cristaux diffractent s'ils sont positionnés suivant la loi de Bragg liant la longueur d'onde du rayon incident à la distance entre plans successifs de la même famille dite distance inter-réticulaire, par la loi :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \quad (\text{Eq D.1})$$

avec : n : indice de diffraction; d : distance inter-réticulaire
 Θ : angle entre le faisceau incident et le plan diffractant. λ : longueur de l'onde incidente.

Il est important de noter que, vu la configuration de l'appareil et que le goniomètre ne fait que changer l'angle Θ , les plans diffractant sont ceux parallèles à la surface de l'échantillon, en l'occurrence la surface du revêtement.

-La règle d'extinction : impliquant les facteurs de structure. On note que l'intensité du pic diffractant pour une raie de diffraction est fonction du carré du module du facteur de structure F_{hkl} qui est lui-même fonction du facteur de diffusion, on a donc :

$$I_{hkl} = A \cdot |F_{hkl}|^2 \dots\dots\dots(\text{Eq D.2})$$

Afin qu'il y ait diffraction, il faudrait donc que le facteur de structure ne soit pas nul.

$$F_{hkl} = \sum_j f_j (\sin \Theta_{hkl} / \lambda) e^{2i\pi(hx_j + ky_j + lz_j)} \cdot e^{-B(T)(\frac{\sin \Theta_{hkl}}{\lambda})^2} \dots\dots\dots(\text{Eq D.3})$$

λ : Longueur d'onde de la source anti-cathode.

$f_j(\sin \Theta_{hkl} / \lambda)$: Facteur de diffusion atomique de l'atome j.

x_j, y_j, z_j : Coordonnées dans l'espace de l'atome j.

$B(T)$: Facteur d'agitation thermique.

Pour qu'il n'y ait pas extinction, le facteur de structure F_{hkl} , représentant l'amplitude diffractée par une famille de plans réticulaires (h,k,l), doit répondre aux règles conditionnant h,k,l pour une structure cristallographique donnée.

2. Epaisseur affectée par les rayons X :

L'explication du principe physique de la méthode d'estimation de la profondeur de pénétration du rayon X lors d'une analyse $I = f(2\Theta)$ est donnée dans [PAR54].

-Lors de l'interaction du rayon X avec la surface de la matière, l'intensité s'atténue aux furs et à mesure que le rayon X traverse la matière, elle suit l'équation :

$$I(x=e) = I_0 \cdot \exp[-\mu \cdot x(e)] \\ = I_0 \cdot \exp\left[\frac{-\mu \cdot z(e)}{\sin \Theta}\right] \dots\dots\dots(\text{Eq D.4})$$

avec : $I(x=e)$: L'intensité à une profondeur e à partir de la surface.

I_0 : L'intensité au niveau de la surface.

$x(e)$: projection sur l'axe X (parallèle à la surface), de la longueur du faisceau incident pénétrant dans la matière.

$z(e)$: épaisseur de pénétration à partir de la surface (cm).

μ : Coefficient d'absorption linéaire (cm^{-1}).

Sur la Figure Annexe 7 est représenté un schéma illustratif pour montrer les grandeurs précédentes.

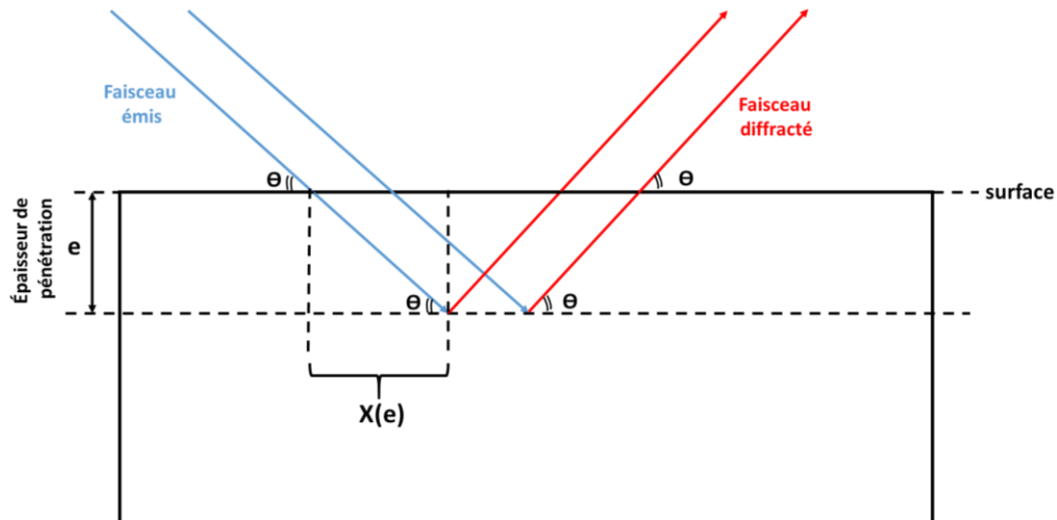


Figure Annexe 7 : Configuration de l'interaction du rayon X avec la matière pour estimer l'épaisseur mesurée.

Ce qui est communément utilisé dans la littérature est le coefficient d'absorption massique $\frac{\mu}{\rho}$ (cm^2/g) appelé aussi MAC (Mass Attenuation Coefficient), avec la masse volumique ρ (g/cm^3). L'équation (Eq 2.18) devient donc :

$$I(x=e) = I_0 \cdot \exp \left[-\left(\frac{\mu}{\rho}\right) \cdot \rho \cdot \frac{z(e)}{\sin \theta} \right] \dots\dots\dots (\text{Eq D.5})$$

Ce qui donne :

$$\ln \left(\frac{I(x=e)}{I_0} \right) = -\left(\frac{\mu}{\rho}\right) \cdot \rho \cdot \frac{z(e)}{\sin \theta}$$

Si on suppose que l'intensité est complètement atténuée quand elle est diminuée à 10% de l'intensité maximale I_0 . $I(e) = 0,1 \cdot I_0$

Ce qui impliquerait que :

$$z(e) = \frac{2,3 \cdot \sin \theta}{\left(\frac{\mu}{\rho}\right) \cdot \rho} \dots\dots\dots (\text{Eq 2.20}).$$

Dans le cas de notre étude, on va appliquer dans ce qui suit l'équation (Eq 2.20) sur le cas d'un matériau ternaire Co-Cr-Fe pour plusieurs teneurs massiques en fer afin de connaître l'épaisseur réelle analysée lors de la caractérisation par rayons X. Pour ce faire, on a utilisé le logiciel High score Plus afin de déterminer la valeur de MAC (Mass Attenuation Coefficient) (cm^2/g).

Sachant que le chrome est l'élément d'addition principale dans la poudre de base avec une teneur qui avoisine les **29%** en massique, on pose l'hypothèse que la masse volumique du mélange suit une simple règle des mélanges entre les éléments cobalt, chrome et fer : $\rho_{FeXCo_{71\%}(1-X)Cr_{29\%}(1-X)} = X \cdot \rho_{Fe} + (1-X) \cdot [0,71 \times \rho_{Co} + 0,29 \times \rho_{Cr}] \dots\dots\dots (\text{Eq 2.21})$

Sachant que : $\rho_{Co} = 8.9 \text{ g}/\text{cm}^3$ $\rho_{Fe} = 7.874 \text{ g}/\text{cm}^3$ $\rho_{Cr} = 7.19 \text{ g}/\text{cm}^3$

On obtient ainsi l'épaisseur analysée pour plusieurs alliages CoCrFe à différentes teneurs en fer et pour différents angles d'incidence θ .

3. Méthode de dosage des phases :

La méthode RIR pour Reference Intensity Ratio est bien expliquée dans la référence [DIC69, SNY13] et qu'on résumera dans ce qui suit :

-L'intensité d'un pic (hkl) d'une phase α est proportionnelle à la fraction volumique C_α de cette phase et on a la formule :

$$I_{hkl\alpha} = K \cdot \frac{R_{hkl\alpha}}{2 \cdot \mu_m} \cdot C_\alpha \quad \dots\dots\dots (Eq D.6)$$

avec : **K** : constante qui dépend de la nature de l'échantillon.

R_{hkl} : Coefficient dépend de l'angle Θ .

μ_m : Coefficient d'absorption linéaire du mélange.

C_α : Fraction volumique de la phase α .

Ce qui donne pour 2 phases α et β le ratio :

$$\frac{C_\alpha}{C_\beta} = \frac{I_{hkl\alpha}}{I_{hkl\beta}} \cdot \frac{R_{hkl\beta}}{R_{hkl\alpha}} \quad \dots\dots\dots (Eq D.7)$$

Dans un cas binaire : $C_\alpha + C_\beta = 1 \rightarrow C_\alpha = \frac{C_\alpha}{C_\alpha + C_\beta} = \frac{\frac{1}{R_\alpha} I_{hkl\alpha}}{\frac{1}{R_\alpha} I_{hkl\alpha} + \frac{1}{R_\beta} I_{hkl\beta}} \quad \dots\dots\dots (Eq D.8)$

Si on prend en considération plusieurs pics de chacune des phases, la sommation des pics fait intervenir le paramètre n_α pour la phase α (n_β pour la phase β) indiquant le nombre de réflexion après sommation des ratios d'intensité des pics. L'équation (eq 2.14) devient :

$$C_\alpha = \frac{C_\alpha}{C_\alpha + C_\beta} = \frac{\frac{1}{n_\alpha} \sum_0^{n_\alpha} \frac{1}{R_\alpha} I_{hkl\alpha}}{\frac{1}{n_\alpha} \sum_0^{n_\alpha} \frac{1}{R_\alpha} I_{hkl\alpha} + \frac{1}{n_\beta} \sum_0^{n_\beta} \frac{1}{R_\beta} I_{hkl\beta}} \quad \dots\dots\dots (Eq D.9)$$

5. ANNEXE E : Technique CrossPolisher de préparation de surface

La technique de préparation Cross section Polisher est adaptée aux surfaces polies de bonne qualité sans artefacts et sans application de contrainte mécanique destinée aux préparations pour le MEB. L'appareil utilisé dans ces travaux disponible sur la plateforme Castaing de Toulouse est de marque JEOL modèle IB-19510CP. L'équipement est équipé d'une caméra de surveillance intégrée permettant le suivi in-situ de l'opération de polissage ionique. La tension d'accélération appliquée est comprise entre 3 et 8 kV (6kV en moyenne) (Figure Annexe 8).

La section polie fait 1 mm de largeur ayant une forme semi-circulaire, un masque est utilisé pour protéger la surface de l'échantillon au faisceau ionique (phénomène de rideaux) qui se fait suivant un petit angle. Sur nos échantillons la durée de l'opération de décapage est de 4 heures. Le but de l'opération du Cross Polisher dans notre cas de figure étant d'obtenir le maximum de signal sur les diagrammes de Kikuchi lors des analyses EBSD sans écrouissage mécanique.

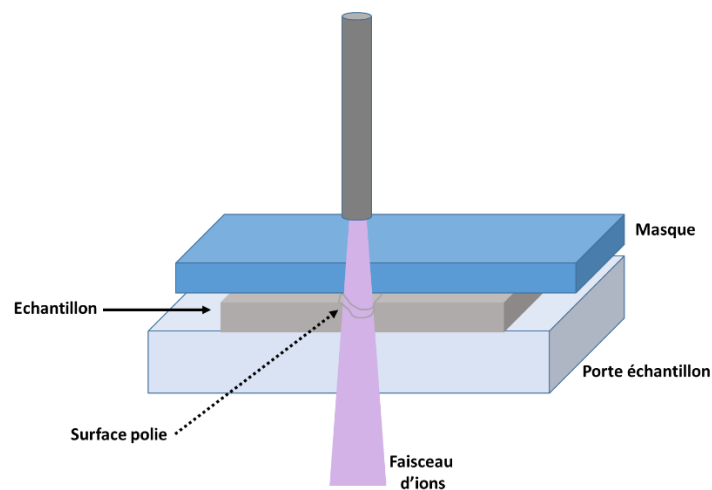


Figure Annexe 8 : Schéma explicatif de la technique de préparation Cross section Polisher.

6. ANNEXE F : Etude de l'influence du champ thermique pour la compréhension de certains aspects de la microstructure

Dans cette partie une modélisation par éléments finis a été mise au point afin d'identifier l'influence des champs de température engendré lors de l'interaction du faisceau laser avec la poudre et mieux comprendre le mécanisme de migration du fer du substrat vers la surface du revêtement.

Dans ce qui suit, toutes les simulations présentées ont été réalisées dans le cadre d'un stage à l'ICA Albi en 2019 [TOU19].

1. Conditions de modélisation

La simulation est réalisée à l'aide du logiciel COMSOL MultiPhysics® et elle prend en compte le transfert de chaleur et le phénomène de fusion de la couche de poudre.

Dans le modèle utilisé les trois phénomènes : conduction, convection et rayonnement sont considérés (Figure Annexe 9) et les conditions aux limites sont :

- En surface supérieure de la couche : on prend en considération les conditions de convection et de rayonnement entre le matériau et l'Argon et on a :

$$-K(T) \cdot \nabla T \cdot n = h_h (T - T_{amb}) + \varepsilon \cdot \sigma_{SB} \cdot (T^4 - T_{amb}^4) \dots \dots \dots (eq3.2)$$
- En surface verticale : Les pertes thermiques sont convectives.

$$-K(T) \cdot \nabla T \cdot n = h_v (T - T_{amb}) \dots \dots \dots (eq3.3)$$
- En surface en dessous du substrat, la température est égale à 373,15 K.

avec λ : constante de Stephan Boltzmann ; ε : émissivité du matériau ;
 K : conductivité thermique du milieu ; n : quantité de matière en mole ;

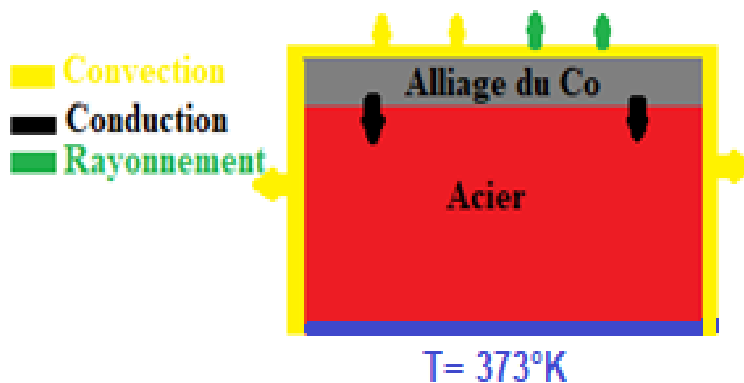


Figure Annexe 9 : Conditions aux limites du modèle thermique.

On a posé les hypothèses suivantes afin de simplifier le modèle :

- Le mouvement du liquide dans le bain de fusion est toujours laminaire.
- L'évaporation du matériau n'est pas prise en compte sachant que celle de l'alliage Co-Cr est autour de 3100K
- On considère que la couche de poudre est homogène et que ses propriétés thermiques évoluent avec la température.

La géométrie choisie est cylindrique ($R=10\text{mm}$ et $e=10\text{mm}$), l'épaisseur de la couche de poudre est de $50\mu\text{m}$. Les propriétés de la poudre sont présentées dans le chapitre 2.

On a choisi un maillage triangulaire. Afin d'optimiser les temps de calcul, on a opté pour un maillage adaptatif fin près de la surface de la couche de poudre et est plus grossier plus loin dans le substrat avec un taux de croissance de 1,02 (Figure Annexe 10). Ceci en prévision de grande disparité du champ thermique dans certaines zones. Le pas de temps employé est de 10 μ s

On prend en considération dans le modèle : le transfert de chaleur dans le solide, dans le fluide, la diffusion des espèces et l'effet Marangoni.

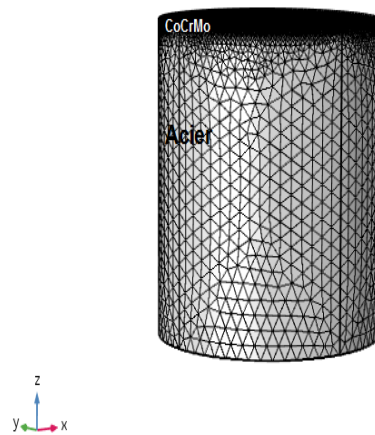


Figure Annexe 10 : Maillage utilisé pour le modèle de simulation

2. Influence de la puissance et de la vitesse

On note qu'afin de simplifier le modèle, les simulations prennent en compte un passage unique du laser. Pour les paramètres préconisés par SLM ($P=275$ W, $V=800$ mm/s), la distribution du champ thermique montre que la température maximale atteinte est de l'ordre de 3500 K (Figure Annexe 11) donc supérieure à la température d'évaporation ($T_{ev}=3100$ K). Ceci implique qu'une partie de la poudre s'évapore et donc perdue.

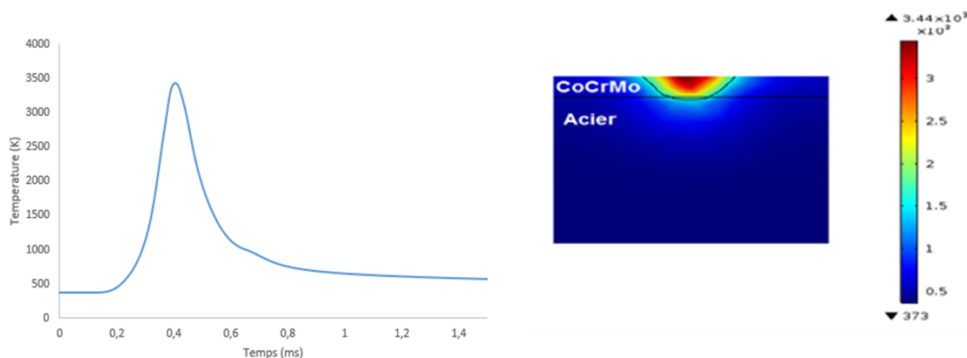


Figure Annexe 11 : Distribution du champ thermique pour passage unique du laser et pour la puissance et vitesse préconisées par SLM

On va présenter dans ce qui suit l'influence de la vitesse pour une puissance constante et celle de la puissance pour une vitesse constante. On prendra pour le paramètre constant ce qui est préconisé par SLM (Figure Annexe 12)

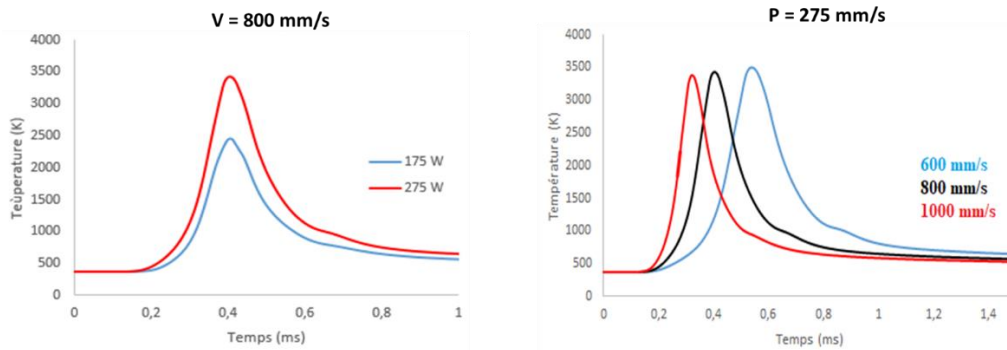


Figure Annexe 12 : Évolution de la température au cours du temps pour différentes vitesses à puissance constante et pour différentes puissances à vitesse constante.

L'augmentation de la puissance du laser induit une augmentation de la température maximale atteinte lors du passage du laser. Ceci devrait augmenter le volume de poudre fondue et aussi la quantité de matière évaporée. L'augmentation de la vitesse de balayage a l'effet inverse puisque cela diminue le temps d'exposition du laser. L'énergie absorbée par le lit de poudre en temps unitaire diminue.

On remarque que l'effet de la vitesse de balayage est moindre que celui de la puissance. Ceci vient valider ce qui a été avancé dans la section 1.2 quant à l'influence des paramètres du laser sur la quantité de fer qui dilue en surface des revêtements.

Il est aussi rapporté dans [DU19] que la puissance du laser impacte de façon plus significative la température maximale du bain de fusion ainsi que les dimensions de celui-ci par rapport à la vitesse de balayage. Dans leur modèle, ils ont eux aussi négligé la vaporisation au point d'ébullition.

Par ailleurs, la vitesse de refroidissement a été estimée par les simulations, elle augmente avec la vitesse de balayage. Elle atteint $2.37 \times 10^7 \text{ K/s}$ pour une vitesse de 1000 mm/s.

Le temps nécessaire pour fusionner la cible évolue en fonction de la vitesse de balayage. Il est de 0,19 ms, 0,28 ms et 0,39 ms pour respectivement des vitesses de 600 mm/s, 800 mm/s et 1000 mm/s. Ce qui entraîne que plus la vitesse de refroidissement est élevée plus ce temps de fusion est important.

3. Evolution des caractéristiques géométriques du bain de fusion

Les dimensions du bain de fusion est un critère important permettant la liaison entre les particules de poudre et aussi entre la poudre fusionnée et le substrat. Dans ce qui suit une simulation va être menée pour analyser les caractéristiques géométriques du bain de fusion en fonction des paramètres du laser. Ces dimensions ont été déterminées en connaissant la température de fusion de la poudre et à partir de la distribution des champs de température obtenue. Une confrontation des résultats expérimentaux avec les résultats numériques sera présentée en un second temps.

La largeur du bain de fusion est déterminée suivant la direction perpendiculaire à la direction de balayage et la profondeur du bain de fusion est mesurée à partir de la surface supérieure de la couche CoCrMo jusqu'à la profondeur fondue à l'intérieur de la matière.

Le modèle de simulation utilisé pour identifier les dimensions du bain de fusion se base sur les critères suivants :

C'est d'abord un modèle basé sur un couplage entre transfert thermique et phénomènes de transports fluidiques. Puisque la matière rentre en fusion suite au passage du laser, le gradient thermique créé au sein du bain de fusion fait que des phénomènes de transport de matière basés sur les forces de tension superficielle interviennent. On parle de convection de Marangoni qui a été étudié dans la littérature dans le cas du procédé SLM [CHE18]. Le mouvement dans le fluide dû à la convection est le

résultat de la combinaison des forces de Marangoni et de la pression du flux thermique du laser [MIR19]. Ce phénomène est traduit par le modèle en définissant les conditions aux limites de la surface supérieure comme suit :

$$-\mu \frac{\partial u}{\partial z} = \frac{\partial \gamma}{\partial T} \left(\frac{\partial T}{\partial x} \right) \dots\dots\dots (eq3.4)$$

$$-\mu \frac{\partial v}{\partial z} = \frac{\partial \gamma}{\partial T} \left(\frac{\partial T}{\partial y} \right) \dots\dots\dots (eq3.5)$$

Avec u : la composante du vecteur vitesse en x ; v : la composante du vecteur vitesse en y
 μ : la viscosité dynamique (Pa.s) ; γ : la tension superficielle du métal fondu

On va montrer en un premier temps des résultats de simulation du bain de fusion en termes de vitesse d'écoulement de matière (Figure Annexe 13). Le bain de fusion résultant est de forme allongée suite au passage du laser. Par rapport au plan de trajet de balayage, les caractéristiques dimensionnelles du bain de fusion sont symétriques. Les températures et vitesse d'écoulement atteignent respectivement $T_{max} = 3500$ K et $U_{max} = 4,41$ m/s. La vitesse d'écoulement est très faible au centre et aux extrémités et est maximale dans la zone intermédiaire. Le champ de vitesse à la surface libre est dirigé vers l'extérieur ce qui signifie que le coefficient de température de la tension superficielle est négatif ($\frac{\partial \gamma}{\partial T}$).

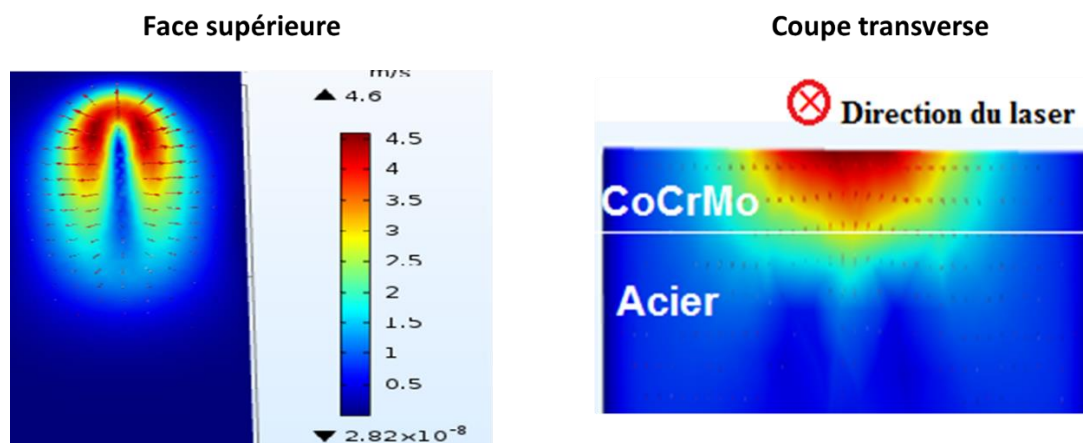


Figure Annexe 13 : Résultats de simulation de la vitesse d'écoulement.

L'énergie thermique apportée par le laser s'est traduite par une distribution de température quasi-uniforme dans le bain de fusion, qui est égalisée par les courants de convection dus aux mouvements du métal en fusion. Le champ de température et le mouvement fluide du bain de fusion sont couplés dans le procédé SLM, car le champ thermique a donné naissance à un mouvement du métal fondu dans le bain de fusion et aide à la distribution de température par transfert de chaleur convective.

On présente sur la Figure Annexe 14 quelques résultats de simulation confrontés à ce qui a été obtenu expérimentalement pour montrer que les résultats du modèle sont en bon accord avec l'expérience pour de faibles densités d'énergie, en l'occurrence pour $P=175$ W et $V=800$ mm/s. A contrario, les dimensions du bain de fusion prédits par le modèle sont éloignées de ce qui est trouvé expérimentalement, en l'occurrence pour $P=275$ W et $V=600$ mm/s.

Le modèle n'est donc pas en mesure de prédire les résultats expérimentaux pour une grande densité d'énergie car il sous-estime les dimensions. Afin de connaître la valeur de transition pour des densités d'énergie apportée pour laquelle le modèle ne répond plus, on a tracé sur la Figure Annexe 15 les évolutions de la largeur et la profondeur du bain de fusion en fonction de la densité d'énergie du procédé.

On note que les simulations ont été effectuées uniquement pour une gamme de densité d'énergie correspondant à des puissances de 175W et 275W.

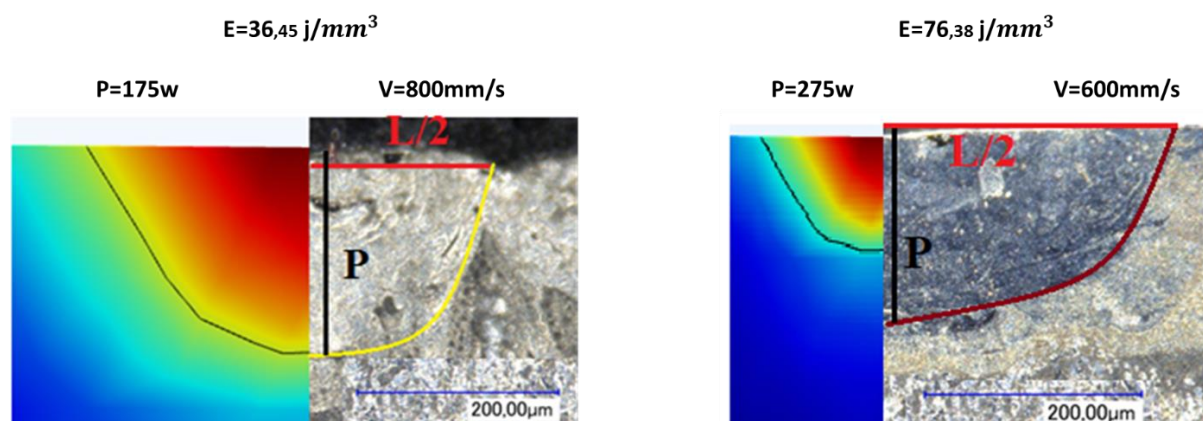


Figure Annexe 14 : Résultats de simulation de la forme et dimensions du bain de fusion pour deux jeux de paramètres laser : P=175w, V=800mm/s et P=275w, V=600mm/s.

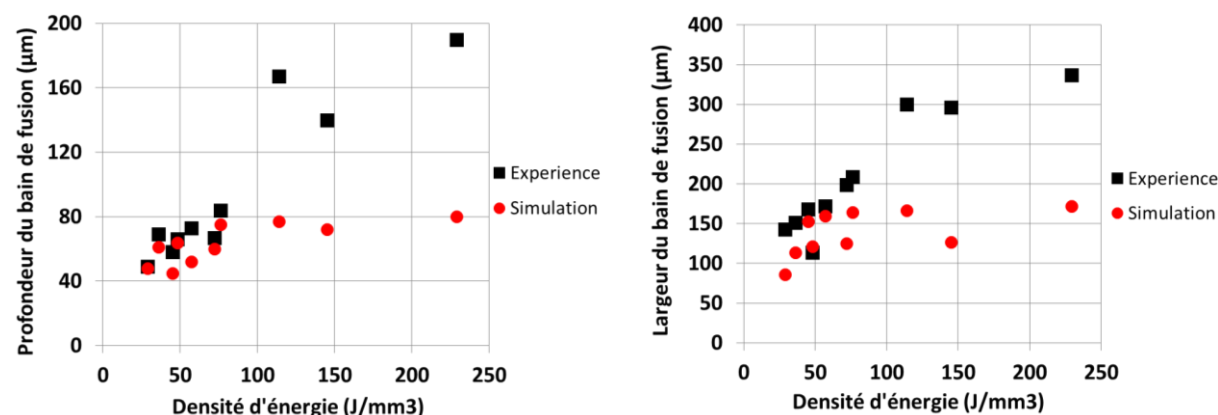


Figure Annexe 15 : Confrontation entre l'expérimental et le numérique des dimensions du bain de fusion en fonction de la densité d'énergie volumique du procédé.

Les résultats montrent que la corrélation est plutôt satisfaisante jusqu'à de 60 J/mm^3 . Au-delà de cette densité d'énergie volumique le modèle de prédiction n'est pas fiable. Ce même constat a été abordé dans les travaux de Mirsha et al pour du TA6V, la valeur de transition dans leurs travaux est de 65 J/mm^3 [MIR19]. Ils attribuent la large marge entre le modèle et l'expérience à haute densité d'énergie au fait que le modèle ne prend pas en compte l'évaporation en plus de la possibilité de l'apparition de l'effet keyhole, conduisant donc à une perte de matière pour des énergies importantes du laser.

4. Phénomène de diffusion d'espèces durant le lasage

Durant le procédé de fusion laser sélective SLM la diffusion des éléments est liée à l'agitation thermique. On va appliquer dans ce qui suit la loi de diffusion de Fick afin de simuler la quantité de fer dans le revêtement à partir des champs de température générés.

Méthode :

On définit d'abord le coefficient de diffusion D du fer qui est un paramètre principal pour décrire les mécanismes de diffusion :

$$D_j = -D_{ij} \cdot \nabla C_j \dots \dots \dots (\text{eq 3.6})$$

Avec C : la concentration molaire du fer

Ce coefficient de diffusion évolue en fonction de la température, ce qui est traduit par la loi d'Arrhenius.

$$D = D_0 e^{\frac{-E}{RT}} \dots\dots\dots (eq 3.7)$$

Avec E : l'énergie d'activation de la diffusion

Dans le cas de la diffusion du fer dans le cobalt :

$$D = 0,11 e^{\frac{-253,3014}{8,31T}} \dots\dots\dots (eq 3.8)$$

Les mécanismes de diffusion sont donc liés à la concentration de l'élément. On a pour le fer :

$$C = \frac{n}{V} = \frac{m}{V.M} = \frac{0,987 \times \rho_{Acier}}{M_{Fer}} = 0,14 \text{ mol. cm}^{-3} \dots\dots\dots (eq 3.9)$$

Pour le Cobalt :

$$C = \frac{n}{V} = \frac{m}{V.M} = \frac{0,70 \times \rho_{poudre}}{M_{Co}} = 0,099 \text{ mol. cm}^{-3} \dots\dots\dots (eq 3.10)$$

Ces données sont introduites dans le logiciel COMSOL afin d'obtenir les résultats numériques de simulation à partir du phénomène de diffusion du fer dans le revêtement.

5. Résultats :

On montre sur la Figure Annexe 16 pour un cas monocouche et pour une passe unitaire, que le fer se mélange avec le revêtement du fait de l'effet Marangoni et le mouvement du faisceau du laser. La concentration du fer au fond du bain de fusion est importante. Dans la face supérieure du revêtement, la teneur massique en fer est maximale, elle atteint **84%** d'après ce qui est obtenu par les simulations. Ceci est dû donc à la convection de Marangoni qui fait que la concentration est uniforme à la surface supérieure du bain de fusion.

L'expérience sur un échantillon fabriqué séparément avec une monocouche et une passe laser unitaire montre que la teneur massique en fer sur la surface de la passe est de **74%**, ce qui fait une erreur de 11,9% par rapport à la simulation. Le profil de teneur en fer est moins régulier d'après l'expérience.

La différence des valeurs entre l'étude expérimentale et l'étude numérique pourrait être due au fait qu'on ne prend pas en compte la diffusion dans le chrome et aussi celle du cobalt et du chrome dans le substrat. Pour le côté expérimental, il reste toujours problématique l'épaisseur réelle de la première

couche

de

poudre.

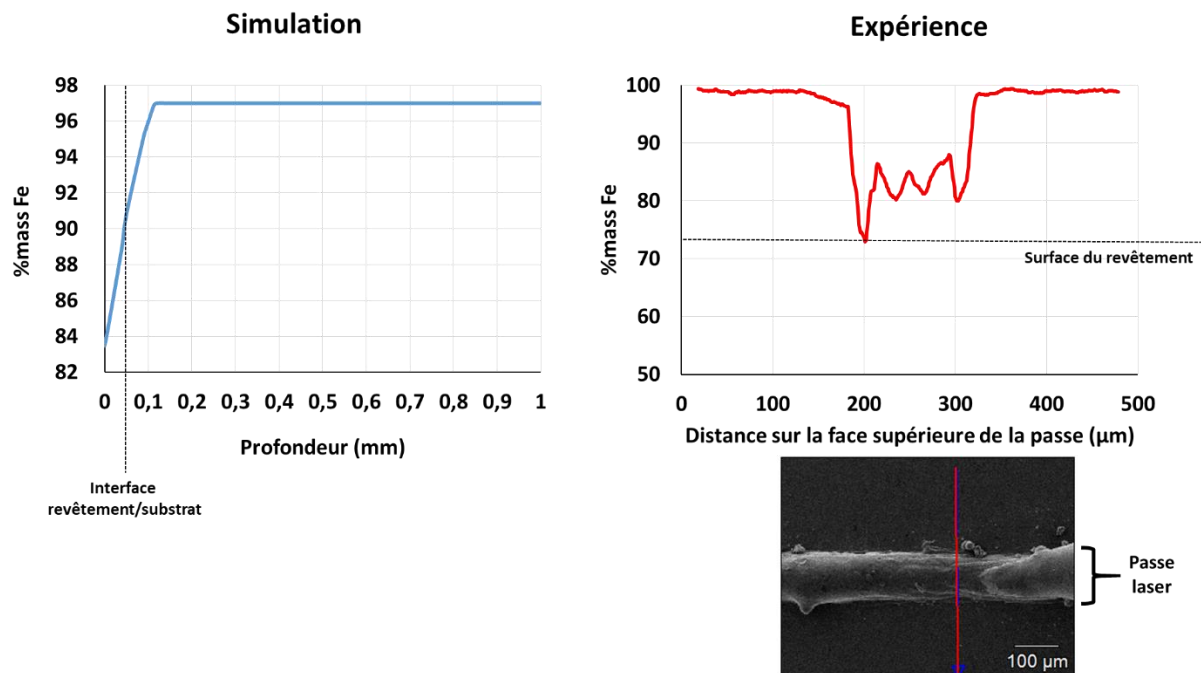


Figure Annexe 16 : Confrontation entre simulation et expérience de l'évolution de la teneur massique en fer dans le revêtement pour un cas monocouche, passe unitaire.

6. Conclusion

Pour un revêtement à 4 couches réalisé sur un substrat en acier de géométrie cylindrique et un diamètre de 10mm, on a montré que la dilution du fer a toujours lieu dans le revêtement pour le jeu de paramètres utilisé pour le laser. La teneur en fer qui dilue au niveau de la surface évolue en fonction de la puissance et la vitesse du laser. On a montré que l'effet de la puissance est plus important que celui de la vitesse de balayage et que pour la puissance préconisée par SLM ($P=275W$), la dilution du fer reste quasi-constance pour des vitesses allant de 400 à 1000 mm/s. Cependant, la tendance de l'évolution de cette dilution n'est pas monotone suivant la densité d'énergie apportée, ce qui pourrait être attribué à plusieurs raisons dont certaines ont été identifiées par simulation numérique de l'effet thermique à partir d'un modèle simplifié. On citera :

- L'épaisseur de la première couche introduite avec le racleur par l'utilisateur qui a un effet important impactant sur l'épaisseur réelle du revêtement.
- L'évaporation de la matière en l'occurrence la poudre pour des densités d'énergie importantes. C'est aussi un effet à prendre en considération à partir d'une certaine température. Le couplage thermo-fluidique qui ne prend pas en compte cette vaporisation montre déjà que le champ de température est hétérogène, plus important au milieu du bain de fusion qu'aux extrémités.
- Le phénomène de transport fluidique de la matière qui est plus ou moins marqué en fonction de la puissance et la vitesse du laser.
- La convection de Marangoni due aux efforts de tension superficielle pourrait aussi évoluer en fonction des paramètres du laser. Les phénomènes physiques intervenant dans le procédé SLM sont assez complexes et font appel à un couplage thermo-fluidique. Le modèle élaboré a pu prédire les dimensions du bain de fusion, dont la largeur et la profondeur, uniquement pour des faibles densités d'énergie inférieures à $60 J/mm^3$.
- Le modèle de diffusion des espèces chimiques, bien qu'il ne prend pas en compte la fraction de liquide, a montré que le modèle prédit la teneur en fer en surface du revêtement avec une

erreur de 11,9% dans un cas monocouche pour une passe unitaire. Il est intéressant de d'étendre le modèle au cas multicouches et multi-passes afin de simuler ce qui se passe réellement dans l'expérience, ce qui n'a pas été fait dans ce travail.

7. ANNEXE G : Courbes de frottement pour la campagne de tribologie à différents nombres de couches

	Fabrication 1	Fabrication 2
2 couches		
4 couches		
5 couches		
6 couches		
7 couches		
8 couches		
10 couches		
20 couches		

8. ANNEXE H : Estimation du facteur de concentration de contraintes dû à la rugosité sur la durée de vie

Afin de comparer les durées de vie des pièces revêtues par rapport aux pièces non revêtues, nous devons tenir compte du facteur de concentration des contraintes K_t généré par la rugosité. Pour ce faire, un code éléments finis est appliqué à une cartographie de surface afin d'estimer la valeur du K_t pour le cas à 4 couches, 8 couches de revêtement et aussi sur le substrat brut.

Nous mentionnons que la direction des passes laser sur la dernière couche change d'une population de revêtement à une autre car l'angle de départ est toujours de $\Theta=45^\circ$ préconisé par SLM. Pour 4 couches de revêtement, les dernière passes sont orientées à 45° par rapport à la direction de la contrainte appliquée (rotation 3 fois de $\Theta=60^\circ$ entre couches). Pour 8 couches, il en résulte qu'elle est orientée sur la dernière couche à 25° (rotation 7 fois). Pour le substrat C45 brut, la direction des stries de rectification sont parallèles à la direction longitudinale, donc à la contrainte appliquée.

Nous présentons sur la Figure Annexe 17 le résultat de la simulation par abaqus afin de quantifier la valeur du K_t aux vallées entre passes laser et aussi pour le substrat brut, à chaque fois dans le sens de la direction de la contrainte appliquée. Les simulations sont faites sur une seule éprouvette de chaque population.

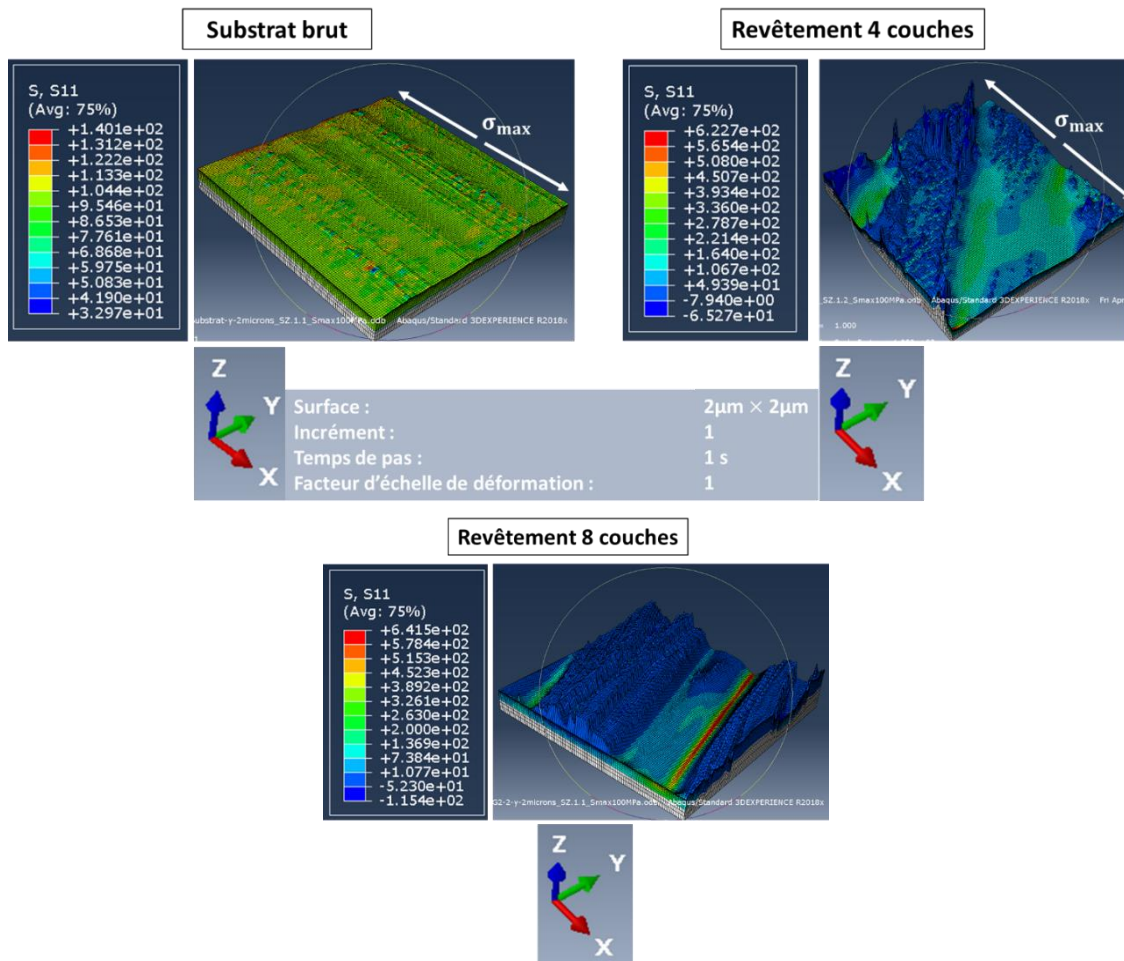


Figure Annexe 17 : Résultats de simulation sur une cartographie de surface d'une éprouvette brute et d'une éprouvette à 4 couches et une à 8 couches pour une contrainte macroscopique à 100MPa dans le sens longitudinal de l'éprouvette.

-Pour le cas 4 couches : au fond de vallées, $3,36 \leq K_{t_{max}} \leq 3,93$.

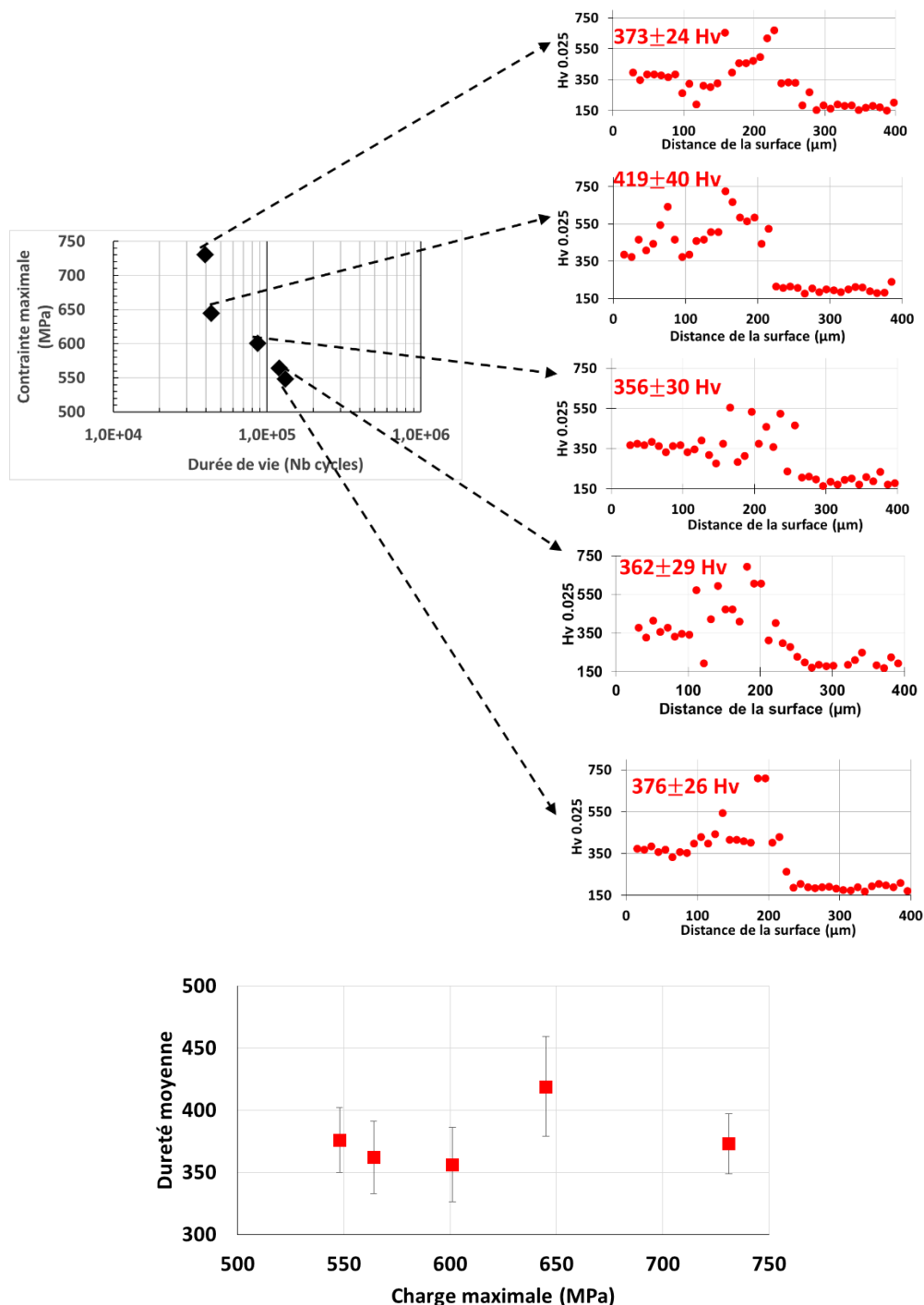
-Pour le cas 8 couches : au fond de vallées, $5,78 \leq K_{t_{max}} \leq 6,41$.

-Pour l'éprouvette en C45 non revêtue, $1,31 \leq K_{t_{max}} \leq 1,40$.

Sachant que le modèle utilisé fonctionne pour un chargement purement élastique. Vu les valeurs élevées du $K_{t_{max}}$ et compte tenu de la plage des charges que nous avons appliquées dans ce travail qui sont comprises entre 548 MPa et 731MPa, tous les essais de fatigue menés entraînent théoriquement de la plasticité localisée dès le premier cycle. A plus forte raison, la limite d'élasticité du matériau CoCrMo élaboré par SLM est estimée à $\sigma_e = 672$ MPa [WEI20]

9. ANNEXE I : Évolution de la dureté en fonction de la charge maximale appliquée

On présente sur les courbes suivantes les profils de dureté après rupture des éprouvettes sollicitées en fatigue pour le revêtement à 4 couches initialement monophasé CFC, les mesures ont été prises au niveau de la zone utile. Un récapitulatif est aussi donné de la dureté moyenne estimée du revêtement en fonction de la charge maximale appliquée. Le but étant de montrer qu'on n'observe pas de tendance particulière du fait de l'impossibilité d'estimer la dureté en extrême surface par mesure de microdureté, de même qu'on ignore le profil exact de microdureté au niveau de la même zone avant essai.



Résumé

Influence de la microstructure obtenue par procédé de fabrication additive SLM sur le comportement mécanique de revêtements base cobalt

L'objectif de ce travail expérimental est d'identifier les niveaux d'endommagements nécessaires pour activer différents mécanismes de déformation plastique sous sollicitations en fatigue volumique et en fatigue de surface (obtenue indirectement par des essais de frottement) de rechargements de type CoCrMo obtenus par le procédé de fabrication additive SLM.

Si le procédé de rechargement sur des pièces mécaniques aéronautiques se fait préférentiellement par projection de poudre, au sein du laboratoire ICA-Albi, le procédé de Selective Laser Melting (SLM) est basé sur la technologie "lit de poudres". Les interactions "poudres/faisceau laser" par technologie en lit de poudres peuvent être considérées comme exploratoires par rapport aux procédés par projection de poudre et ainsi conduire à des revêtements présentant des particularités microstructurales. L'étude du comportement sur la déformation plastique via des paramètres spécifiques matériaux est engagée en définissant un pourcentage en masse d'éléments d'addition nécessaire pour activer le mécanisme de déformation plastique par transformation de phase. Cette thèse initie une étude sur le comportement à l'endommagement sous sollicitations multi-contraintes. Des essais en fatigue flexion plane 4 points sont effectués pour différents niveaux de chargements mécaniques permettant de solliciter le volume.

Des essais tribologiques sont réalisés pour engager des mécanismes physiques d'accommodation de la déformation différents et ainsi étudier la synergie entre la sollicitation de frottement et la dégradation de surface. Associées aux essais tribologiques et aux essais en fatigue, des investigations microstructurales et des analyses physico chimiques ont permis d'identifier les mécanismes d'endommagement.

Mots clés : Dépôts base cobalt, Déformation plastique, Transformation de phase, Tribologie, Fatigue, Relations microstructures-propriétés, DRX, EBSD.

Abstract

Influence of the microstructure obtained by SLM additive manufacturing process on the mechanical behaviour of cobalt based alloys coatings.

The aim of this experimental work is to identify the levels of damage necessary to activate different plastic strain mechanisms under volume fatigue and surface fatigue stresses (obtained indirectly by friction tests) of CoCrMo type hardfacing obtained by the SLM additive manufacturing process. While the surfacing processes on aeronautical mechanical parts are preferably performed by powder projection, the Selective Laser Melting (SLM) process is based on "powder bed" technology within the ICA-Albi laboratory. The interactions between powders and laser beams by powder bed technology can be considered as exploratory compared to powder projection processes and thus lead to coatings with microstructural particularities.

The study of the plastic deformation behaviour via specific material parameters is undertaken by defining a mass percentage of additive elements necessary to activate the plastic deformation mechanism by phase transformation.

This thesis initiates a study on the damage behaviour under multi-stress loading. Four-point plane bending fatigue tests are performed for different levels of mechanical loading to stress the volume.

Tribological tests are carried out to engage different physical mechanisms of strain accommodation and thus study the synergy between frictional loading and surface degradation. In combination with tribological and fatigue tests, microstructural investigations and physical-chemical analyses have allowed the identification of damage mechanisms.

Keywords : Cobalt base coatings, Plastic strain, Phase transformation, Tribology, Fatigue, Microstructures-properties relationships, XRD, EBSD.