# Caractérisation microstructurale et mécanique d'un acier Duplex issu de la fabrication additive

# C. CAËR<sup>a</sup>, L. BERCELLI<sup>a</sup>, C. DOUDARD<sup>a</sup>, S. CALLOCH<sup>a</sup>, M. DHONDT<sup>a</sup>, J. BEAUDET<sup>b</sup>

a. ENSTA Bretagne – Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDL), FRE CNRS 3744, 2 rue F. Verny, 29806 Brest Cedex 9, France + <u>celia.caer@ensta-bretagne.fr</u>

b. Naval Group Research, Technocampus Océan, 5 rue de l'Halbrane, 44340 Bouguenais, France

# Résumé :

Le procédé de fabrication additive arc-fil (Wire Arc Additive Manufacturing) offre une alternative aux procédés classiques de mise en forme en permettant la réalisation de pièces à géométries complexes et/ou de grandes dimensions avec une plus grande flexibilité que des procédés classiques comme la fonderie. Cependant, ce procédé induit des microstructures spécifiques directement liées au processus de dépôt par couches du matériau en fusion. Ces travaux s'intéressent à étudier les relations entre ces microstructures et la localisation des déformations sous chargement mécanique. Nous nous concentrons ici sur le cas d'un bloc d'acier Duplex issu de la fabrication additive arc-fil, dans lequel sont prélevées des éprouvettes verticales et horizontales. La microstructure de cet acier est caractérisée à plusieurs échelles, notamment par EBSD (Electron BackScatter Diffraction) et microscopie numérique, mettant ainsi en évidence des clusters de grains elliptiques de plusieurs millimètres, témoignant des passes de soudure (cordons de soudure). L'influence de ces hétérogénéités sur le comportement mécanique est caractérisée via des essais quasi-statiques et des analyses thermo-élastiques. Les essais quasi-statiques ont démontré l'isotropie du matériau issu de la fabrication additive. L'évolution des champs de déformation est étudiée à partir d'analyses thermoélastiques et la localisation des déformations est ainsi suivie tout au long du chargement. Il est montré que la présence des cordons de soudure est à l'origine d'hétérogénéités locales de déformation sous sollicitation cyclique dans le domaine élastique du matériau.

# Abstract :

Since a few years Wire Arc Additive Manufacturing (WAAM) has attracted attention of industrial manufacturing sector due to its ability to produce large scale and/or complex shaped parts difficult to obtain using usual processes such as casting. However, WAAM induces specific microstructures which are directly related to the layer deposition process of melted material. This study focuses on interactions between these microstructures and strain localization under mechanical loading. The material used in this study is a block of Duplex stainless steel produced by WAAM. Vertical and horizontal specimens have been extracted from this block. The steel microstructure has been characterized at different scales using EBSD (Electron BackScatter Diffraction) and numerical microscopy. Elliptical clusters of grains have been observed and identified as residual welded joints. The link between these heterogeneities and mechanical behavior has been characterized using quasi-

static tensile tests and thermo-elastic analysis. Quasi-static tests have shown the WAAM produced material to be isotropic. Strain fields evolution has been studied by thermo-elastic analysis all along loading. It is shown that welded joints induce local strain heterogeneities under elastic cyclic loading.

# Mots clefs : Fabrication additive arc-fil, microstructure multi-échelle, analyse thermo-élastique, hétérogénéités locales

### 1 Introduction

Le procédé de fabrication additive arc-fil (Wire Arc Additive Manufacturing) offre une alternative aux procédés classiques de mise en forme en permettant la réalisation de pièces à géométries complexes et/ou de grandes dimensions avec une plus grande flexibilité que des procédés classiques comme la fonderie [1]. Ce procédé consiste à faire fondre un fil de matière en utilisant un arc électrique comme source de chaleur. Le matériau fondu est déposé sur un substrat sous la forme de cordons. Les cordons sont juxtaposés pour former une couche et les couches sont superposées pour former la géométrie voulue. A chaque nouvelle passe le matériau déjà déposé subit une histoire thermique complexe qui inclut refroidissement, solidification et réchauffement cyclique à plus ou moins haute température en fonction de sa distance au sommet [2]. La microstructure et les propriétés mécaniques résultant de ce procédé diffèrent de celles d'un matériau issu de procédés usuels, il est donc nécessaire de caractériser le comportement mécanique d'un matériau issu de la fabrication additive avant toute mise en service.

Cette étude se concentre sur les relations entre microstructure et propriétés mécaniques d'un acier inoxydable de type Duplex obtenu par WAAM. Tout d'abord, sont décrits le matériau et les moyens expérimentaux mis en œuvre dans cette étude. Puis la caractérisation multi-échelles de la microstructure de l'acier Duplex est présentée. L'étude se concentre ensuite sur sa caractérisation mécanique avec deux aspects principaux : l'isotropie structurelle du matériau et l'étude des champs mécaniques sous sollicitation cyclique. Une attention particulière est portée sur la question de l'homogénéité des champs de déformation par analyse thermo-élastique [3] [4].

# 2 **Protocole expérimental**

#### 2.1 Matériau

Le matériau de l'étude se présente sous la forme d'un bloc de dimensions 55 x 210 x 300 mm<sup>3</sup> produit par l'Ecole Centrale de Nantes, en collaboration avec Naval Group, dans le cadre du projet européen RAMSSES<sup>1</sup>. Il a été obtenu par fabrication additive arc-fil à partir d'un robot 3 axes, équipé d'une torche de soudage MIG-MAG CMT. Le matériau d'apport est un fil d'acier inoxydable Duplex pour soudure (norme EN ISO 14343) dont la composition en éléments d'alliage est décrite dans le tableau 1.

La surface des échantillons a été préparée avant observation métallographique : polissage au papier abrasif puis à l'aide de suspensions diamantées de 9  $\mu$ m à <sup>1</sup>/<sub>4</sub> de  $\mu$ m et polissage de finition par suspension de silice coloïdale de diamètre ~0.04 $\mu$ m (OP-S).

С	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	Ν	S	Р	Fe
0.02	0.3-	1.0-	8.5 –	22.5-	3.0-	0.5	0.12-	0.015	0.02	éq.
	0.6	2.0	10.0	23.5	3.5		0.17			_

Tableau 1: composition constructeur (Ugiweld 45N) du fil d'acier Duplex en pourcentage massique.

Les éprouvettes utilisées pour les essais mécaniques sont plates, et présentent une partie utile de dimensions  $67*20*6.5 \text{ mm}^3$ . Ces éprouvettes ont été prélevées verticalement dans le bloc.

# 2.2 Equipement et procédures

La microstructure du matériau a été observée par microscopie numérique à l'aide d'un microscope Keyence VHX-5000 et par microscopie électronique à balayage par un MEB JEOL JSM-IT300LV équipé d'une caméra EBSD Oxford Instruments.

Les éprouvettes ont été sollicitées mécaniquement sur une machine servo-hydraulique de tractioncompression équipée d'une cellule d'effort de 250 kN. Les essais de traction uniaxiale ont été réalisés en pilotage en effort, jusqu'à rupture des éprouvettes.

Pour l'analyse thermoélastique les éprouvettes ont été cyclées pendant 4000 cycles selon un rapport de charge  $R\sigma = -1$  à une fréquence de 10,02 Hz. L'amplitude de contrainte lors de ces essais contrôlés en effort était de 100 MPa. Préalablement à chaque essai, la surface d'étude de l'éprouvette a été recouverte d'une peinture noire à haute émissivité. La température de la surface d'intérêt a été mesurée lors du chargement via une caméra infrarouge FLIR Systems MWIR SC7600BB avec une fréquence d'acquisition de 1 Hz. La différence entre la fréquence de sollicitation et la fréquence d'acquisition génère un effet stroboscopique qui permet la reconstruction d'une dizaine de cycles de chargement.

### **3** Résultats et analyses

#### 3.1 Microstructure

Le matériau apparaît sain, aucun manque de soudure ou de macro-fissures ne sont observés. L'acier présente peu de défauts malgré la présence d'une faible population d'inclusions silicatées et de porosités de diamètre compris entre  $60 \ \mu m$  et 1 mm.



Figure 1 : observation a) macrographique et b) micrographique du bloc d'acier Duplex.

L'étude de la microstructure au microscope numérique révèle, à faible grossissement, des motifs ellipsoïdaux de petit axe  $\sim$ 3+/-0,5 mm et de grand axe compris entre 8,5 mm et 9 mm. Ces groupes de grains correspondent à l'empilement des cordons de soudure (cf. figure 1 a)).

L'observation du matériau à des échelles plus fines montre que le matériau présente une structure austéno-ferritique composée de grains d'austénite aciculaire dans une matrice ferritique (cf. figure 1 b)). La répartition des phases est confirmée par la cartographie EBSD présentée en figure 2 b). L'épaisseur moyenne des aiguilles d'austénite est de 5  $\mu$ m sur une centaine de  $\mu$ m (de 20 à 130  $\mu$ m, moyenne de 80  $\mu$ m). Les observations au microscope numérique montrent des sous-ensembles d'aiguilles parallèles dont les dimensions varient de 40  $\mu$ m à 300  $\mu$ m (cf figure 1 b)). Les analyses EBSD montrent qu'au sein de ces sous-ensembles, les aiguilles d'austénite présentent la même orientation cristallographique (cf. figure 2 a)).

Ces mêmes analyses ont toutefois montré que, malgré ces cluster de grains à orientation privilégiée, ni la phase austénitique ni la phase ferritique ne présentent de texture particulièrement marquée (cf. figure 2 c) et d)).



Figure 2: Analyse EBSD d'un prélèvement vertical, cartographies a) des orientations, b) des phases (en bleu: austénite, en rouge: ferrite), et figures de pôle inverses c) de l'austénite et d) de la ferrite.

Les prélèvements verticaux montrent un empilement de couches alternant lignes d'épaisseur moyenne 2.8 mm et motifs elliptiques de dimension moyennes 3,4 \* 4,2 mm (cf. figure 3a)). La comparaison de ces observations avec le mode de dépôt des cordons de soudure a montré que l'alternance des motifs est liée à l'empilement des couches : les lignes correspondent à des passes parallèles à la direction de prélèvement de l'échantillon, alors que les motifs elliptiques correspondent à des cordons hors du plan de prélèvement (cf. figure 3 a) et b)).



Figure 3 : a) micrographie numérique de l'agencement des cordons sur un prélèvement vertical et b) schéma de l'agencement théorique des cordons suivant cette coupe.

Le matériau Duplex issu de la fabrication arc-fil est donc structuré à plusieurs échelles : les aiguilles d'austénite ( $\sim 5 \ \mu m \approx 100 \ \mu m$ ), les clusters d'aiguilles parallèles et de même orientation ( $\sim 100 \ \mu m \approx 100 \ \mu m$ ) et les cordons de soudure ( $\sim 3 \ mm \approx 9 \ mm$ ).

#### 3.2 Comportement mécanique

Dans un premier temps, des essais quasi-statiques ont été réalisés afin d'évaluer les propriétés mécaniques en termes de limite d'élasticité (Re), de résistance à la traction (Rm) et d'allongement à rupture (A%) (résultats résumés dans le tableau 2). Aucune variation significative n'est observée en fonction de la direction de prélèvement des éprouvettes, le comportement du matériau est donc considéré isotrope.

	Re (MPa)	Rm (MPa)	A% (%)	
Vertical	530	789	33	
Horizontal	536	794	31	
Moyenne	533	791	32	

Tableau 2 : propriétés mécaniques du Duplex obtenu par fabrication additive.

Les essais thermo-élastiques, décrits en section II.2, ont été réalisés sur trois éprouvettes prélevées verticalement (V1, V2 et V3). Sous l'effet du chargement cyclique, la température de l'éprouvette varie avec une amplitude liée à la déformation élastique subie par le matériau, dû au couplage thermoélastique. La théorie de la thermoélasticité montre que, sous hypothèse d'adiabadicité et en supposant un comportement linéaire et isotrope du matériau, la variation d'amplitude de température  $\Delta\theta_{\text{the}}$  est proportionnelle à l'amplitude de la variation des contraintes [5] [6] :

$$\Delta \theta_{\rm the} = \frac{\alpha}{\alpha c} T_0 \Delta I_1 \tag{1}$$

où  $\alpha$  est le coefficient de dilatation thermique, c la chaleur spécifique du matériau et  $T_0$  une température de référence.  $I_1 = tr(\underline{\sigma})$  étant le premier invariant du tenseur des contraintes  $\underline{\sigma}$ ,  $\Delta I_1 = max(I_1) - min(I_1)$  est l'amplitude de variation de  $I_1$  en réponse au chargement cyclique.

Lors d'un essai thermo-élastique, la caméra infra-rouge acquiert l'évolution de la température en chaque pixel de la zone d'analyse (repérée par un encadré noir dans la figure 4 a)) depuis le premier cycle jusqu'au refroidissement de l'éprouvette post-sollicitation. L'amplitude des variations de

température lors du chargement cyclique correspond donc à l'amplitude du couplage thermo-élastique (cf. figure 4 b)).



Figure 4 : a) délimitation de la zone d'analyse (encadré noir), b) évolution de la température en un pixel de la zone d'analyse en fonction du temps, la double-flèche rouge indique l'amplitude du couplage thermo-élastique ( $\Delta \theta_{the}$ ).

Les figures 5, 6 et 7 représentent les cartographies de l'amplitude du couplage thermo-élastique sur la surface des trois éprouvettes, pour des chargements cycliques d'amplitude de contrainte respectifs de 100 MPa, 175 MPa et 320 MPa (soit inférieurs à la limite d'élasticité du matériau).



Figure 5 : amplitude du couplage thermo-élastique mesuré sur la zone utile de trois éprouvettes prélevées verticalement (V1, V2 et V3) pour amplitude de chargement de 100 MPa.



Figure 6: amplitude du couplage thermo-élastique mesuré sur la zone utile de trois éprouvettes prélevées verticalement (V1, V2 et V3) pour amplitude de chargement de 175 MPa.



Figure 7: amplitude du couplage thermo-élastique mesuré sur la zone utile de trois éprouvettes prélevées verticalement (V1, V2 et V3) pour amplitude de chargement de 320 MPa.

Les figures 5 à 7 montrent que l'amplitude du couplage thermo-élastique n'est pas uniforme sur toute la surface étudiée pour les trois éprouvettes. Le même motif est observé pour les éprouvettes V1, V2 et V3 : un empilement successif de lignes horizontales d'épaisseur moyenne 3,1 mm et d'ellipsoïdes de largeur 3,6 mm et de longueur 3,8 mm (dimensions moyennes pour le chargement de plus faible amplitude, 100 MPa). La comparaison de ces motifs et de leurs dimensions avec les agencements théoriques de cordons représentés en figure 3 b) suggère que les hétérogénéités indiquées par le couplage thermo-élastique correspondent aux cordons de soudure.

L'amplitude du couplage thermo-élastique, donc la déformation élastique, est plus importante au niveau des cordons horizontaux et des joints de cordons qu'à l'intérieur des ellipsoïdes. Le procédé de

dépôt de matière influe donc sur la répartition des déformations élastiques lorsque le matériau est soumis à une sollicitation cyclique dans son domaine élastique.

Une faible augmentation de l'amplitude de contrainte (de 100 MPa à 175 MPa) induit une hausse de l'amplitude des hétérogénéités du couplage thermo-élastique (cf. figures 5 et 6). L'amplitude des hétérogénéités est donc pilotée par l'amplitude de contrainte. On observe cependant que lorsque l'amplitude de la contrainte de chargement approche la limite d'élasticité du matériau, l'amplitude du couplage thermo-élastique tend à s'homogénéiser par zones : les motifs n'apparaissent plus aussi clairement. Cela ne signifie pas que les hétérogénéités locales de déformations sont effacées par l'amplitude de la contrainte appliquée. Ce phénomène s'explique par le fait que les variations de température captées par la caméra thermique, et servant d'entrée au couplage thermo-élastique, deviennent faibles devant la hausse globale de température de l'éprouvette. Ces variations de température s'approchent alors du bruit de mesure et les hétérogénéités locales de comportement ne sont plus détectables par cette méthode.

#### 4 Conclusions et perspectives

Un bloc d'acier inoxydable Duplex issu de la fabrication additive arc-fil a été caractérisé en termes de microstructure et de comportement mécanique. Il a été montré que le procédé de dépôt de matière par couches n'induit pas d'anisotropie dans le comportement mécanique du matériau. Les cordons de soudure sont toutefois observables sur la structure finale. Au sein de ces cordons, aucune orientation privilégiée des grains n'a été constatée. L'analyse thermo-élastique menée sur des éprouvettes prélevées verticalement dans le bloc indique que la répartition des champs élastiques est régie par l'agencement des cordons de soudure. Ces hétérogénéités apparaissant sous chargement cyclique à des contraintes inférieures à la limite d'élasticité de l'acier Duplex, elles pourraient prendre leur importance dans l'étude du comportement en fatigue de ce matériau, c'est l'objet de la présentation de Bercelli et al. [7].

<sup>1</sup> RAMSSES = Realisation and Demonstration of Advanced Material Solutions for Sustainable and Efficient Ships. 48 mois de programme collaboratif, 21 lots de travaux, 37 partenaires de 12 pays, marqués par la présence des principaux chantiers navals (Damen, Meyer Werft, STX France, Naval Group...) et laboratoires de recherche maritime européens (dont TNO aux Pays-Bas et l'Institut technique de recherche suédois), RAMSSES est bien un projet pharaonique. Son ambition ? Réaliser et démontrer par des campagnes d'expérimentation que de nouvelles solutions de matériaux avancés dans la conception des navires peuvent en réduire l'empreinte environnementale.

This project received funding from European Union's Horizon 2020 research and innovation program under grant agreement  $N^{\circ}723360$ .

#### Références

[1] M.K. Thompson, G. Moroni, T. Vaneker, G. Fadel, R.I. Campbell, I. Gibson, A. Bernard, J. Schulz, P. Graf, B. Ahuja, F. Martina, Design for additive manufacturing : trends, opportunities, considerations and constraints, CIRP Annals – Manufacturing Technilogy 65 (2016) 737-760
[2] J. Ge, J. Li, Y. Lei, H. Fu, Location related thermal history, microstructure, and mechanical properties of arc additively manufactured 2Cr13 steel using cold metal transfer welding, Materials Science Engineering A 715 (2018) 144-153

[3] P. Florin, C. Doudard, M.L. Facchinetti, S. Calloch, Determination of the first stress tensor invariant of a complex steel sheet structure from Thermoelastic Stress Analysis, Proceedings Engineering 133 (2015) 736-745

[4] V. Le Saux, C. Doudard, Proposition of a compensated pixelwise calibration for photonic infrared cameras and comparison to classic calibration procedures: Case of thermoelastic stress analysis, Infrared Physics and Technology 80 (2017) 83-92

[5] R. Munier, Etude de la fatigue des aciers laminés à partir de l'auto-échauffement : essais, observations, modélisation et influence d'une pré-déformation plastique, Thèse, Université de Bretagne Occidentale, 2012

[6] P. Stanley, Beginnings and early development of thermoelastic stress analysis, Strain 44 (4) (2008) 285-297.

[7] L. Bercelli, C. Caër, S. Calloch, M. Dondht, C. Doudard, S. Moyne, B. Levieil, Chaîne de dimensionnement en fatigue pour pièces issues d'un procédé de fabrication additive métallique, CFM2019