







Université du Québec  
à Rimouski

**AMÉLIORATION PAR TRAITEMENT CHIMIQUE DE  
L'ÉTAT DE SURFACE D'UN ACIER MARAGING ISSU DE  
LA FABRICATION ADDITIVE POUR L'AMÉLIORATION  
DU COMPORTEMENT EN FATIGUE  
ÉTUDE D'UN CANAL DE REFROIDISSEMENT**

Mémoire présenté

dans le cadre du programme de maîtrise en ingénierie

en vue de l'obtention du grade de Maître ès sciences appliquées (M.Sc.A.)

PAR

© AUGUSTIN DELCAMBRE

Février 2022



**Composition du jury :**

**Abderrazak El Ouafi, président du jury, Université du Québec à Rimouski**

**Jean Brousseau, directeur de recherche, Université du Québec à Rimouski**

**Véronique Dassylva-Raymond, examinatrice, Université du Québec à Rimouski**

**Axel Gambou-Bosca, examinateur externe, Centre de Métallurgie du Québec**

Dépôt initial le 20 décembre 2021

Dépôt final le 08 février 2022



UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À RIMOUSKI  
Service de la bibliothèque

Avertissement

La diffusion de ce mémoire ou de cette thèse se fait dans le respect des droits de son auteur, qui a signé le formulaire « *Autorisation de reproduire et de diffuser un rapport, un mémoire ou une thèse* ». En signant ce formulaire, l'auteur concède à l'Université du Québec à Rimouski une licence non exclusive d'utilisation et de publication de la totalité ou d'une partie importante de son travail de recherche pour des fins pédagogiques et non commerciales. Plus précisément, l'auteur autorise l'Université du Québec à Rimouski à reproduire, diffuser, prêter, distribuer ou vendre des copies de son travail de recherche à des fins non commerciales sur quelque support que ce soit, y compris Internet. Cette licence et cette autorisation n'entraînent pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits moraux ni à ses droits de propriété intellectuelle. Sauf entente contraire, l'auteur conserve la liberté de diffuser et de commercialiser ou non ce travail dont il possède un exemplaire.



Aux rencontres de ces belles années...



## REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de recherche Jean Brousseau, qui m'a donné l'opportunité de travailler sur ce projet, et mon encadrant en chimie Steeven Ouellet pour leur disponibilité, leurs conseils et leur soutien dans mon apprentissage scientifique. Je les remercie également pour l'aide qu'ils m'ont apportée lors de la rédaction de ce mémoire.

Un très grand merci à Charles-André Fraser, avec qui j'ai appris à utiliser cette magnifique EOS M290. Il en va de même pour toute l'équipe encadrante en Génie : Denis Labbé, Jean-Charles Morin, Dany Morin, Richard Lafrance, Vianney Leroueil, Karel Uhlir et Suzie Loubert. Ils m'ont assisté dans l'utilisation de nombreuses machines et m'ont débloqué un nombre de fois indéterminable.

Je tiens aussi à remercier le Centre des Technologies de l'Aluminium du Conseil National de Recherches Canada, plus particulièrement Danick Gallant et Siyu Tu, qui ont mis leurs moyens à disposition pour faciliter l'étude électrochimique et effectuer des images très intéressantes.

Je remercie tous ceux qui m'ont permis de m'intégrer et de passer une merveilleuse période de ma vie au Québec : ma première colocataire Laurie, mes suivantes Joëlle et Sarah accompagnée de Marc-André, ma dernière colocation avec Marc-Antoine, Tommy et Alex. Il en va de même pour Alexis, Karo et toute l'équipe de capoeira qui m'a vu débiter et m'épanouir, comprenant Caro, Myriam, Abacaxi, l'honorable Rapunzel, Mafalda et Maquina. Pareillement pour mon premier employeur, Nicolas, avec qui j'ai apprécié travailler puis lier une amitié !

Pauline, j'ai adoré ta présence à Rimouski et ton accueil a été un plaisir. Chelsea, j'aurais souhaité rester un peu plus longtemps. Je porte une attention toute particulière à Marie, qui me supporte depuis maintenant de longues années, et à Joris avec qui j'ai beaucoup partagé, dans les bons comme dans les mauvais moments ! Finalement, je tiens à remercier mes parents pour le soutien continu qu'ils m'ont apporté tout au long de mes études et plus particulièrement dans la poursuite de ma maîtrise.



## RÉSUMÉ

La fabrication additive métallique permet l'obtention de nouvelles formes, comme les canaux de refroidissement conforme en fonderie, qui ne pouvaient pas être obtenues à l'aide des procédés conventionnels. Les nouvelles pièces présentent habituellement une amélioration des performances, un gain d'ergonomie ou une économie de matière. La performance des canaux est effectivement améliorée, mais leur durée de vie est diminuée par la formation de fissures en fatigue, grandement facilitées par le mauvais fini de surface en sortie d'impression.

L'acier maraging 18Ni300 traité chimiquement a été choisi afin d'améliorer la durée de vie des canaux de refroidissement conforme. À l'issue d'une mise en solution solide et d'un durcissement structural, une dureté usinable de 50 HRC a été obtenue. Le traitement chimique doit permettre d'éliminer la calamine (phase de décapage) formée lors de la mise en solution solide puis d'améliorer l'état de surface (phase de polissage). Le décapage a été atteint quand le polissage s'est révélé inefficace. Par ailleurs, le traitement chimique peut engendrer une fragilisation par l'hydrogène. On a donc vérifié que le gain mécanique en fatigue dû à l'amélioration d'état de surface est supérieur à la perte due à la fragilisation par l'hydrogène, réputée moins importante sur les aciers maraging.

Le traitement chimique, effectué dans une solution aqueuse d'acides chlorhydrique, nitrique et phosphorique, a permis l'amélioration de la résistance en endurance illimitée des éprouvettes de 26 % et de 4 % pour les deux modèles étudiés. Ces modèles représentaient les deux rayons de courbure d'un canal de refroidissement. Aucune fragilisation par l'hydrogène n'a été détectée lors de l'étude mécanique. Dans le bain acide, le contrôle de la concentration en fer dissous par l'ajout d'un inhibiteur de corrosion, le ferrocyanure de potassium, a permis de fortement diminuer l'apparition de piqûres de corrosion.

Enfin, une étude électrochimique a montré que la voltampérométrie linéaire n'est pas utilisable pour l'amélioration du procédé de polissage.

**Mots clés :** Fabrication additive, Fusion sélective par laser, Acier maraging, Acier 18Ni300, Traitement thermique, Traitement chimique, Décapage chimique, Fatigue, Fragilisation par l'hydrogène



## ABSTRACT

Metal additive manufacturing enables new shapes, such as conformal cooling channels in die casting, which could not be achieved using conventional processes. The new parts usually present improved performance, improved ergonomics or material savings. The performance of the channels is indeed greatly improved, but their life is reduced by the formation of fatigue cracks, greatly facilitated by the poor surface finish at the output of the printing.

Chemically treated 18Ni300 maraging steel was chosen to improve the life of the compliant cooling channels. After solid solution and age hardening, a machinable hardness of 50 HRC was obtained. The chemical treatment should make it possible to remove the scale (pickling phase) formed during the solid solution and then improve the surface finish (polishing phase). Descaling has been achieved when polishing has been ineffective. In addition, chemical treatment can cause hydrogen embrittlement. Therefore, it has been verified that the mechanical gain in fatigue due to the improvement in surface finish is greater than the loss due to hydrogen embrittlement, which is deemed to be less important on maraging steels.

The chemical treatment, carried out in an aqueous solution of hydrochloric, nitric and phosphoric acids, made it possible to improve the resistance in unlimited endurance of the specimens by 26% and by 4% for the two models studied. These models represented the two radii of curvature of a cooling channel. No hydrogen embrittlement has been detected during the mechanical study. In the acid bath, controlling the dissolved iron concentration by adding a corrosion inhibitor, potassium ferrocyanide, greatly reduced the appearance of corrosion pitting.

Finally, an electrochemical study has shown that linear voltammetry cannot be used for improving the polishing process.

**Keywords:** Additive manufacturing, Selective laser melting (SLM), Maraging steel, 18Ni300 Steel, Heat treatment, Chemical treatment, Chemical pickling, Fatigue, Hydrogen embrittlement



## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	ix
RÉSUMÉ.....	11
ABSTRACT.....	13
TABLE DES MATIÈRES.....	15
LISTE DES TABLEAUX.....	19
LISTE DES FIGURES.....	23
LISTE DES ABRÉVIATIONS, DES SIGLES ET DES ACRONYMES.....	29
LISTE DES SYMBOLES.....	31
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	37
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE.....	43
1.1 PROCÉDÉ DE FABRICATION ADDITIVE MÉTALLIQUE ET APPLICATIONS.....	43
1.1.1 Fusion sélective par laser.....	44
1.1.2 Applications générales.....	46
1.2 INFLUENCE DES PARAMÈTRES D'IMPRESSION ET DU DESIGN.....	47
1.2.1 Influence des paramètres d'impression.....	47
1.2.2 Influence du design.....	50
1.3 CARACTÉRISATION DU MATÉRIAU UTILISÉ : L'ACIER MARAGING.....	51
1.3.1 Caractérisation de la poudre utilisée.....	53
1.3.2 Traitement thermique de l'acier maraging.....	54
1.4 POST-TRAITEMENT DE FINITION DE SURFACE : INTÉRÊTS ET MÉTHODES.....	59
1.4.1 Intérêts de la finition de surface.....	59
1.4.2 Méthodes de finition de surface.....	60
1.5 FINITION DE SURFACE PAR MÉTHODE CHIMIQUE.....	62

1.5.1	Décalaminage chimique.....	63
1.5.2	Polissage chimique.....	66
1.5.3	Influence du traitement thermique sur la finition par méthode chimique.....	67
1.6	FRAGILISATION PAR L'HYDROGÈNE.....	68
1.6.1	Principe général .....	68
1.6.2	Influence du traitement thermique sur la fragilisation par l'hydrogène .....	69
1.7	PROBLÉMATIQUE ISSUE DE LA REVUE DE LITTÉRATURE.....	70
1.8	OBJECTIFS SPÉCIFIQUES.....	72
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE .....		75
2.1	CHOIX DES PARAMÈTRES D'IMPRESSION.....	75
2.2	CHOIX DU TRAITEMENT THERMIQUE.....	76
2.2.1	Équipements utilisés .....	76
2.2.2	Placement des pièces et du thermocouple.....	76
2.2.3	Protocole de mise en solution solide.....	77
2.2.4	Durcissement structural .....	78
2.3	CARACTÉRISATION MÉCANIQUE À L'ISSUE DU TRAITEMENT THERMIQUE .....	81
2.3.1	Essais de dureté.....	81
2.3.2	Essais de traction.....	82
2.3.3	Micrographies .....	85
2.4	CHOIX DU PROTOCOLE DE TRAITEMENT CHIMIQUE .....	87
2.4.1	Choix du type d'éprouvettes .....	87
2.4.2	Finition par méthode chimique .....	89
2.5	CARACTÉRISATION SURFACIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE .....	97
2.5.1	Mesure d'état de surface .....	97
2.5.2	Observation macroscopique, microscopique et à balayage électronique.....	99
2.6	CARACTÉRISATION MÉCANIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE .....	99
2.6.1	Modèle d'éprouvette et préparation .....	99
2.6.2	Protocole d'essais de traction.....	104
2.6.3	Protocole d'essais de fatigue.....	106

2.7	ÉTUDE EXPLORATOIRE ÉLECTROCHIMIQUE .....	108
2.7.1	Objectifs spécifiques .....	108
2.7.2	Méthodologie.....	109
CHAPITRE 3 RÉSULTATS .....		115
3.1	CARACTÉRISATION MÉCANIQUE ET STRUCTURALE À L'ISSUE DU TRAITEMENT THERMIQUE.....	115
3.1.1	Caractérisation du traitement thermique .....	115
3.1.2	Essais de dureté .....	126
3.1.3	Essais de traction .....	127
3.1.4	Micrographies.....	129
3.1.5	Imagerie MEB et microscopie Keyence.....	131
3.2	CARACTÉRISATION DU TRAITEMENT CHIMIQUE .....	133
3.2.1	Décapage .....	134
3.2.2	Polissage .....	139
3.2.3	Combinaison du décapage et du polissage .....	144
3.3	CARACTÉRISATION MÉCANIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE .....	152
3.3.1	Vérification des traitements thermiques subis.....	153
3.3.2	Traitement chimique subi .....	155
3.3.3	Essais de traction .....	165
3.3.4	Essais de fatigue .....	168
3.4	ÉTUDE EXPLORATOIRE ÉLECTROCHIMIQUE .....	175
3.4.1	Étude du potentiel en circuit ouvert.....	175
3.4.2	Étude des résistances à la polarisation et courants de corrosion .....	179
CHAPITRE 4 ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION.....		181
4.1	CARACTÉRISATION DU TRAITEMENT CHIMIQUE .....	181
4.1.1	Décapage .....	182
4.1.2	Polissage .....	186
4.1.3	Combinaison du décapage et du polissage .....	190
4.1.4	Comportement de l'inhibiteur de corrosion .....	195
4.2	ÉTUDE EXPLORATOIRE ÉLECTROCHIMIQUE .....	199
4.3	TRAITEMENT THERMIQUE CHOISI .....	201

4.3.1 Effet du traitement thermique sur la microstructure et l'état de surface .....	202
4.3.2 Effet du traitement thermique sur la dureté et les propriétés de traction .....	205
4.4 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE .....	210
4.4.1 Vérification du traitement chimique .....	210
4.4.2 Essais de traction.....	213
4.4.3 Essais de fatigue.....	214
CONCLUSION GÉNÉRALE .....	225
ANNEXE I .....	229
ANNEXE II.....	233
ANNEXE III .....	241
ANNEXE IV .....	247
ANNEXE V.....	253
ANNEXE VI .....	263
ANNEXE VII .....	269
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	275

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 Composition chimique de la poudre de MS1, en % de la masse totale .....	53
Tableau 2 Caractéristiques mécaniques du 18 % Ni Maraging 300 selon Kwon <i>et al.</i> (2019) .....	56
Tableau 3 Caractéristiques mécaniques du 18 % Ni Maraging 300 selon EOS (2017) .....	56
Tableau 4 Composition du bain d'usinage des aciers inoxydables .....	66
Tableau 5 Propriétés mécaniques du MS1 après homogénéisation et vieillissement.....	79
Tableau 6 Recette d'attaque chimique pour observation micrographique du MS1.....	85
Tableau 7 Recette de polissage pour micrographie du MS1 .....	86
Tableau 8 Conditions d'opération du MP-AES.....	92
Tableau 9 Concentration des six solutions utilisées pour l'étalonnage du MP-AES.....	92
Tableau 10 Caractéristiques mesurées à l'issue de l'étalonnage du palpeur .....	98
Tableau 11 Paramètres d'état de surface avant et après mise en solution solide.....	120
Tableau 12 Récapitulatif du traitement thermique effectué.....	123
Tableau 13 Récapitulatif du traitement thermique visé.....	124
Tableau 14 Résumé des variations dimensionnelles au cours du traitement thermique.....	125
Tableau 15 Résumé des variations de masse au cours du traitement thermique .....	126
Tableau 16 Récapitulatif des essais de dureté .....	127
Tableau 17 Résultats des essais de traction sur éprouvettes homogénéisées et vieilles ....	128
Tableau 18 Macrographies du décapage sans inhibiteur de corrosion .....	135
Tableau 19 Macrographies du polissage sans inhibiteur de corrosion .....	142
Tableau 20 Mesures d'état de surface obtenus par combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion.....	145

Tableau 21 Taux de refroidissement minimum et maximum des mises en solution solide.....	153
Tableau 22 Températures atteintes lors des durcissements structuraux.....	155
Tableau 23 Macrographie des entailles des éprouvettes de fatigue modèle V.....	161
Tableau 24 Résultats des essais de traction sur éprouvettes entaillées .....	166
Tableau 25 Résultats des durcissements structuraux .....	167
Tableau 26 Coefficients des équations des droites moyennes en endurance limitée à R = 0,1 .....	171
Tableau 27 Estimation des limites d'endurance à R = 0,1 .....	172
Tableau 28 Recensement des types de ruptures .....	174
Tableau 29 Résultats de l'étude électrochimique : décapage.....	177
Tableau 30 Résultats de l'étude électrochimique : polissage lent.....	177
Tableau 31 Résultats de l'étude électrochimique : polissage rapide avec piqûres de corrosion .....	178
Tableau 32 Résultats de l'étude électrochimique : polissage à 80 mg/L de fer dissous ....	178
Tableau 33 Résultats de l'étude électrochimique : polissage avec maintien à 0 mg/L de fer dissous .....	178
Tableau 34 Classement par ordre d'agressivité des bains selon le potentiel en circuit ouvert .....	179
Tableau 35 Classement par ordre de résistance à la corrosion.....	180
Tableau 36 Améliorations de la rugosité arithmétique lors du traitement chimique .....	194
Tableau 37 Variation des concentrations lors du traitement chimique .....	196
Tableau 38 Ajout et utilisation du ferrocyanure de potassium lors du traitement chimique .....	197
Tableau 39 Classement par ordre d'agressivité des bains selon le potentiel en circuit ouvert, avec prise en compte des différences de potentiel non significatives ...	200
Tableau 40 Détermination des limites d'endurance illimitées théoriques .....	217
Tableau 41 Valeurs des coefficients effectifs de concentration de contraintes et des facteurs $K_s$ $K_{ts}$ .....	219

Tableau 42 Récapitulatif des améliorations relatives obtenues .....	220
Tableau 43 Coefficients des équations des droites moyennes corrigées en endurance limitée ( $R = 0,1$ ) .....	223
Tableau 44 Variations des coefficients des équations des droites moyennes corrigées ( $R = 0,1$ ) .....	223



## LISTE DES FIGURES

Figure 1. Schéma explicatif du procédé de fusion sélective par laser .....	44
Figure 2. Photographie d'une impression par fusion sélective par laser .....	45
Figure 3. Effet escalier lors de l'impression .....	48
Figure 4. Rugosité arithmétique moyenne en fonction de l'orientation d'impression (8 échantillons par direction de fabrication, 3 répliques par échantillon) .....	51
Figure 5. Schéma des différentes couches composant la calamine. Inspiré de Wéry (2001b) .....	58
Figure 6. Montage de traitement thermique.....	77
Figure 7. Courbe de température théorique de mise en solution solide.....	78
Figure 8. Graphique de l'évolution de la dureté en fonction de la température de vieillessement et du temps. © <i>Casati et al. (2016)</i> .....	80
Figure 9. Courbe de température théorique de durcissement structural .....	81
Figure 10. Mise en plan des éprouvettes de traction (dimensions en mm).....	82
Figure 11. Représentation des supports d'impression (dessus) et de l'impression (dessous) d'éprouvettes de traction .....	83
Figure 12. Essais de traction avec extensomètre .....	84
Figure 13. Mise en plan des éprouvettes de traitement chimique (dimensions en mm).....	87
Figure 14. Représentation des supports d'impression et d'une impression d'éprouvettes de traitement chimique (dimensions en mm) .....	88
Figure 15. Éprouvettes de traitement chimique en début de traitement .....	90
Figure 16. Bain acide usagé (après 24 h de repos) .....	93
Figure 17. Emballage en téflon des éprouvettes de fatigue .....	95
Figure 18. Montage de traitement chimique des éprouvettes de fatigue .....	95

Figure 19. Position et numérotation des mesures d'état de surface sur les éprouvettes (rugosité arithmétique moyenne supérieure à 10 $\mu\text{m}$ ) .....	98
Figure 20. Position et numérotation des mesures d'état de surface sur les éprouvettes (rugosité arithmétique moyenne inférieure à 10 $\mu\text{m}$ ) .....	98
Figure 21. Mise en plan du modèle U d'éprouvette de fatigue (dimensions en mm) .....	100
Figure 22. Mise en plan du modèle V d'éprouvette de fatigue (dimensions en mm) .....	100
Figure 23. Exemple de formes de canal de refroidissement .....	101
Figure 24. Représentation des supports d'impression (gauche) et de l'impression (droite) d'éprouvettes de fatigue (modèle U) .....	102
Figure 25. Représentation des supports d'impression (gauche) et de l'impression (droite) d'éprouvettes de fatigue (modèle V) .....	103
Figure 26. Dispositif de blocage pour l'alignement des éprouvettes .....	105
Figure 27. Conditions d'arrêt : tolérance et sensibilité. Traduit du manuel MTS MultiPurpose TestWare Modèle 793.10.....	107
Figure 28. Montage de la cellule électrochimique .....	109
Figure 29. Exemple de détermination de la résistance à la polarisation .....	110
Figure 30. Exemple de courbe de Tafel .....	111
Figure 31. Exemple de pentes de Tafel .....	112
Figure 32. Courbe de chauffage du traitement de mise en solution solide .....	116
Figure 33. Courbe de refroidissement entière du traitement de mise en solution solide ...	117
Figure 34. Courbe de la première partie du refroidissement du traitement de mise en solution solide.....	118
Figure 35. Aspect visuel des éprouvettes de traction avant (gauche) et après (droite) mise en solution solide.....	119
Figure 36. Courbe de chauffage du traitement de durcissement structural .....	121
Figure 37. Courbe de refroidissement du traitement de durcissement structural .....	121
Figure 38. Éprouvettes de traction après durcissement structural.....	122
Figure 39. Courbes de contrainte par rapport à l'extension des essais de traction .....	129

Figure 40. Micrographie d'une éprouvette $\alpha 0^\circ$ telle qu'imprimée (vue en coupe, réactif de Fry modifié, grossissement x5) .....	130
Figure 41. Micrographie d'une éprouvette $\alpha 0^\circ$ homogénéisée (vue en coupe, réactif de Fry modifié, grossissement x20) .....	130
Figure 42. Imagerie MEB (dessus) et Keyence (dessous) de la face supérieure d'éprouvette de traitement chimique modèle $\beta 45^\circ$ (Imagerie produite par le CTA-CNRC) .....	132
Figure 43. Imagerie MEB (dessus) et Keyence (dessous) de la face inférieure d'éprouvette de traitement chimique modèle $\beta 135^\circ$ (Imagerie produite par le CTA-CNRC) .....	133
Figure 44. Éprouvette en cours de décapage non rincée.....	134
Figure 45. Suivi de masse du décapage sans inhibiteur de corrosion.....	136
Figure 46. Perte de masse lors du décapage avec inhibiteur de corrosion.....	137
Figure 47. Micrographies de caractérisation du décapage avec inhibiteur de corrosion (grossissement x10).....	138
Figure 48. Agrandissement numérique de micrographies après 10 h de décapage avec inhibiteur de corrosion (grossissement x10) .....	139
Figure 49. Suivi de masse du polissage sans inhibiteur de corrosion.....	140
Figure 50. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion pour une face supérieure (modèle $\beta 45^\circ$ ) .....	140
Figure 51. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion pour une face inférieure (modèle $\beta 135^\circ$ ).....	141
Figure 52. Micrographie d'une éprouvette $\beta 45^\circ$ polie sans inhibiteur (vue en coupe, grossissement x5) .....	141
Figure 53. Perte de masse lors du polissage sans inhibiteur de corrosion .....	143
Figure 54. Imagerie Keyence d'une face à $45^\circ$ lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (Imagerie produite par le CTA-CNRC).....	146
Figure 55. Imagerie Keyence d'une face à $135^\circ$ lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (Imagerie produite par le CTA-CNRC).....	147

Figure 56. Imagerie MEB d'une face à 45° lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (12 h à gauche et 18 h à droite) (Imagerie produite par le CTA-CNRC).....	148
Figure 57. Imagerie MEB d'une face à 135° lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (12 h à gauche et 18 h à droite) (Imagerie produite par le CTA-CNRC).....	148
Figure 58. Imagerie MEB-EDS pour certains éléments de la face à 45° lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (12 h / 18 h / 24 h) (Imagerie produite par le CTA-CNRC) .....	149
Figure 59. Perte de masse lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion.....	150
Figure 60. Suivi d'état de surface lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion (modèle $\alpha 0^\circ$ ) .....	151
Figure 61. Suivi d'état de surface lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion (modèle $\beta 45^\circ$ ) .....	151
Figure 62. Suivi d'état de surface lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion (modèle $\beta 135^\circ$ ) .....	152
Figure 63. Suivi des concentrations au MP-AES pendant le décapage (0 h-10 h) .....	157
Figure 64. Suivi des concentrations au MP-AES pendant le décapage (10 h-30 h) .....	157
Figure 65. Masse mesurée d'une éprouvette de fatigue modèle U pendant le traitement chimiquement .....	158
Figure 66. Suivi des concentrations au MP-AES pendant le décapage du modèle V.....	159
Figure 67. Macrographie de suivi du traitement chimique des éprouvettes de fatigue modèle U.....	160
Figure 68. Macrographie de suivi du traitement chimique et thermique des éprouvettes de fatigue modèle V .....	160
Figure 69. Macrographie des entailles après traitement chimique des éprouvettes de fatigue modèle U (face usinée à gauche et imprimée à droite).....	161
Figure 70. Emplacement des micrographies effectuées .....	162
Figure 71. Micrographie de l'entaille imprimée d'éprouvettes de fatigue modèle U .....	163
Figure 72. Micrographie de l'entaille usinée d'éprouvettes de fatigue modèle U .....	163
Figure 73. Micrographie de l'entaille supérieure d'éprouvettes de fatigue modèle V.....	164

Figure 74. Micrographie de l'entaille inférieure d'éprouvettes de fatigue modèle V .....	165
Figure 75. Points des essais pour le modèle U .....	168
Figure 76. Points des essais pour le modèle V .....	169
Figure 77. Courbes d'endurance limitée pour le modèle U .....	170
Figure 78. Courbes d'endurance limitée pour le modèle V .....	170
Figure 79. Types de ruptures rencontrées (échelle 1 mm).....	174
Figure 80. Courbe de vitesse de décapage en fonction de la masse initiale de l'éprouvette.....	186
Figure 81. Évolution des paramètres de rugosité Sa, Sv et Sp en fonction de l'enlèvement de matière par abrasion. Reproduit de (Natal, 2019). .....	188
Figure 82. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion d'une éprouvette $\beta 45^\circ$ .....	189
Figure 83. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion d'une éprouvette $\beta 135^\circ$ .....	189
Figure 84. Images au microscope à force atomique de la topographie de surface de Ti-6Al-4V imprimé © Zhang <i>et al.</i> (2019) .....	192
Figure 85. Photographies d'une éprouvette $\beta 45-135^\circ$ avant et après mise en solution solide .....	203
Figure 86. Exemple de comportement de durcissement structural. Inspiré de Guo <i>et al.</i> (2019) .....	207
Figure 87. Macrographie de trois éprouvettes de traction issues de la même impression .....	210
Figure 88. Courbes d'endurance limitée pour le modèle U .....	222
Figure 89. Courbes d'endurance limitée pour le modèle V .....	222



## **LISTE DES ABRÉVIATIONS, DES SIGLES ET DES ACRONYMES**

<b>3D</b>	Trois Dimensions
<b>CAO</b>	Conception Assistée par Ordinateur
<b>CTA-CNRC</b>	Centre des Technologies de l'Aluminium du Conseil National de Recherches Canada
<b>DMLS</b>	Direct Metal Laser Sintering (soudage direct par laser de métal)
<b>EBM</b>	Electron Beam Melting (fusion par faisceau d'électron)
<b>MEB-EDS</b>	Microscope Électronique à Balayage avec analyse chimique par sélection d'énergie (EDS : Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)
<b>MP-AES</b>	Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (spectromètre d'absorption atomique par plasma micro-ondes)
<b>MS1</b>	Maraging Steel 1 (acier maraging 1)
<b>NA</b>	Non Approprié
<b>ND</b>	Non Déterminé
<b>SLM</b>	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)
<b>SLS</b>	Selective Laser Sintering (soudage sélectif par laser)



## LISTE DES SYMBOLES

### Unités géométriques

<b>dm</b>	Décimètre
<b>cm</b>	Centimètre
<b>mm</b>	Millimètre
<b>µm</b>	Micromètre
<b>nm</b>	Nanomètre
<b>L</b>	Litre
<b>mL</b>	Millilitre
<b>°</b>	Degré (mesure d'angle)

### Unités de masse

<b>g</b>	Gramme
<b>mg</b>	Milligramme

### Unités de temps

<b>h</b>	Heure
<b>min</b>	Minute

**s** Seconde

**Hz** Hertz

### **Énergie, travail, quantité de chaleur**

**J** Joule

### **Puissance**

**W** Watt

### **Force, contrainte, pression**

**N** Newton

**MPa** Mégapascal

### **Unités électriques**

**V** Volt

**mV** Millivolt

**A** Ampère

**mA** Milliampère

**$\Omega$**  Ohm

### **Unités calorifiques**

**°C** Degré Celsius

**°F** Degré Fahrenheit

### **Quantité de matière**

**M** mol/L

**mol** Mole

**N** Normalité (concentration équivalente)

### **Dureté**

**HRC** Dureté Rockwell C

**HV** Dureté Vickers

### **Éléments chimiques**

**Al** Aluminium

**C** Carbone

**Co** Cobalt

**Cr** Chrome

**Cu** Cuivre

**Fe** Fer

<b>Mn</b>	Manganèse
<b>Mo</b>	Molybdène
<b>Ni</b>	Nickel
<b>P</b>	Phosphore
<b>S</b>	Soufre
<b>Si</b>	Silicium
<b>Ti</b>	Titane
<b>Autres</b>	
<b>%</b>	Pour cent
<b><math>\beta_a</math></b>	Pente de Tafel anodique
<b><math>\beta_c</math></b>	Pente de Tafel cathodique
<b><math>E_i</math></b>	Potentiel à l'immersion
<b><math>E_{co}</math></b>	Potentiel en circuit ouvert
<b>ENH</b>	Électrode Normale à Hydrogène
<b>I<sub>corr</sub></b>	Courant de corrosion
<b>log</b>	Logarithme
<b>pH</b>	Potentiel hydrogène
<b>tr</b>	Tour
<b><math>R_p</math></b>	Résistance à la polarisation

### **Résistance des matériaux**

<b>A</b>	Pourcentage d'allongement à rupture
<b>E</b>	Module d'élasticité
<b>R<sub>m</sub></b>	Résistance à la traction
<b>R<sub>p0.2</sub></b>	Limité d'élasticité à 2 %
<b>R<sub>u</sub></b>	Résistance ultime

### **État de surface**

<b>R<sub>a</sub></b>	Écart moyen du profil arithmétique du profil évalué
<b>R<sub>p</sub></b>	Hauteur maximale de saillie du profil
<b>R<sub>v</sub></b>	Profondeur maximale de creux du profil
<b>S<sub>a</sub></b>	Écart moyen du profil arithmétique de la surface évaluée
<b>S<sub>p</sub></b>	Hauteur maximale de saillie de la surface
<b>S<sub>v</sub></b>	Profondeur maximale de creux de la surface



## **INTRODUCTION GÉNÉRALE**

### **MISE EN CONTEXTE ET PROBLÉMATIQUE**

La fabrication additive métallique et plus particulièrement la fusion sélective par laser de lit de poudre permet l'obtention de nouvelles formes qui ne pouvaient pas être obtenues à l'aide des procédés conventionnels. C'est le cas des pièces possédant une forme complexe, une cavité intérieure ou un canal de refroidissement. Lorsque le design et les paramètres d'impression sont bien choisis, ces pièces présentent une amélioration des performances, un gain d'ergonomie ou une économie de matière. Dans le cas des canaux de refroidissement, le refroidissement conforme est apparu grâce à la liberté de design admissible. En moulage d'aluminium, ces canaux suivent les parois à refroidir et permettent un meilleur contrôle du processus ainsi qu'une réduction du temps de cycle global, sans perte de qualité des pièces obtenues. Selon un partenaire industriel spécialisé dans le domaine du moulage sous-pression, la performance est effectivement grandement améliorée, mais la durée de vie des moules est diminuée par la formation de fissures en fatigue. En effet, le procédé d'impression 3D est restreint par le fini de surface brut obtenu, qui engendre une détérioration de la durée de vie en fatigue.

Afin d'améliorer la durée de vie de ces canaux de refroidissement conforme, deux choix ont été effectués : le matériau utilisé et le post-traitement surfacique retenu. L'acier maraging 18Ni300 présente, à l'issue d'un traitement thermique en deux phases, une résistance mécanique très intéressante. Par ailleurs, ce traitement est modulable selon les propriétés désirées. On peut donc viser et obtenir une résistance mécanique optimale, tout en laissant la possibilité d'usinage de précision de certaines surfaces. Le post-traitement surfacique vise quant à lui la surface des canaux de refroidissement. Seuls quelques traitements sont aptes et parmi eux le traitement chimique a été retenu. Le post-traitement

chimique doit permettre d'éliminer la calamine (phase de décapage) formée lors de la mise en solution solide recommandée par le fabricant de l'imprimante EOS, puis d'améliorer l'état de surface (phase de polissage).

Toutefois, un post-traitement chimique peut engendrer une fragilisation par l'hydrogène. L'acier maraging étant réputé moins susceptible à cette fragilisation que les autres aciers à haute résistance, on cherchera à vérifier que le gain mécanique dû à l'amélioration d'état de surface est supérieur à la perte due à la fragilisation par l'hydrogène, notamment en fatigue.

### **DÉFINITION DU PROJET DE RECHERCHE**

Le traitement thermique de l'acier maraging 18Ni300 est connu et maîtrisé. En effet, à l'origine, le développement des aciers maraging à 18 % de nickel a fourni un nouveau matériau pouvant atteindre jusqu'à 2 400 MPa de résistance aux concepteurs de fusées des années 1960. Ainsi on va choisir un traitement thermique permettant l'apparition de caractéristiques mécaniques optimales tout en autorisant l'usinage de précision de la pièce.

En revanche, le traitement chimique de l'acier maraging est très peu connu. Le polissage et le décapage des aciers peu alliés, inoxydables et alliages de titanes sont bien plus documentés. L'acier maraging utilisé a une composition riche en nickel, en cobalt et molybdène, qui lui permet de former naturellement un film d'oxydes qui le protège. Cet avantage est ici un inconvénient, car il rend le traitement chimique plus difficile. Il s'agit donc de développer une recette de traitement chimique permettant le décapage et le polissage de l'acier maraging 18Ni300.

L'incidence du traitement chimique sur la résistance en fatigue est ensuite étudiée à partir d'éprouvettes mimant une forme de canal de refroidissement issu de la fabrication additive. L'incidence de l'état de surface sur la durée de vie en fatigue est largement documentée. Il en est de même pour le phénomène de fragilisation par l'hydrogène. En

revanche, la fragilisation par l'hydrogène engendrée par un traitement chimique n'a été que peu étudiée.

## **OBJECTIFS DU PROJET DE RECHERCHE**

Le projet de recherche est composé de quatre objectifs principaux :

### **1. Choix du traitement thermique**

L'objectif est de déterminer les températures, temps de chauffage et taux de refroidissement pour les deux phases du traitement thermique de l'acier maraging. Cela afin d'atteindre une valeur de dureté comprise entre 48 et 52 HRC, valeur usinable par un industriel. Il est ensuite question d'établir l'impact du traitement thermique sur la microstructure et la surface des pièces.

### **2. Choix du traitement chimique**

L'objectif est de déterminer le temps de traitement chimique, la nécessité de renouvellement du bain et la concentration d'inhibiteur de corrosion optimale afin d'obtenir un décapage de qualité ainsi qu'une amélioration d'état de surface.

### **3. Étude de l'influence du traitement chimique sur la résistance en fatigue**

Il s'agit de vérifier l'influence du traitement chimique sur deux modèles d'éprouvettes qui vont ensuite subir des essais de fatigue. Ces modèles doivent reproduire une forme de canal de refroidissement conforme. Ces essais permettront de déterminer l'effet, bénéfique ou néfaste, du traitement chimique sur le comportement mécanique de l'acier maraging traité thermiquement.

#### 4. Étude exploratoire électrochimique pour l'amélioration du traitement chimique

À l'issue des résultats précédents, il est maintenant question de chercher si une démarche d'étude électrochimique pourrait aider à améliorer les conditions d'opération du polissage chimique, qui s'est montré inefficace pour améliorer l'état de surface.

### **CONTRIBUTIONS ORIGINALES**

Ce travail de recherche contribue à l'élaboration et à la vérification d'un traitement thermique pour l'acier maraging 18Ni300 permettant l'obtention d'une dureté de 52 HRC. Cette dureté nous a été indiquée comme dureté maximale usinable par un partenaire industriel. Ce travail contribue également à l'élaboration et à la caractérisation d'un traitement chimique permettant le décalaminage de l'acier maraging, avec une légère amélioration de l'état de surface. L'amélioration de la résistance en fatigue d'éprouvettes traitées chimiquement et mimant une forme de canal de refroidissement conforme est ensuite documentée. Enfin, des pistes d'étude pour le développement d'un polissage plus efficace sont relevées.

Le projet de recherche vise donc à fournir un post-traitement thermique et chimique dans l'objectif d'augmenter la durée de vie de pièces utilisant le refroidissement conforme. Le test de résistance sur des moules avec des canaux de refroidissement conforme n'étant pas facilement réalisable sur une chaîne de production industrielle, des éprouvettes sont testées. Le traitement chimique établi peut être généralisé à d'autres surfaces complexes ou internes, donc difficilement atteignables avec les méthodes mécaniques classiques.

### **PLAN DU DOCUMENT**

Ce mémoire est composé de quatre chapitres. Le premier développe les notions de base nécessaires à la compréhension de la suite du mémoire à travers une revue de littérature. Le

deuxième présente la méthodologie suivie tout au long des expérimentations. Le troisième fournit les résultats obtenus à l'issue de ces expérimentations. Le quatrième et dernier chapitre analyse et discute les résultats obtenus.

La revue de littérature présente le procédé de fabrication additive et les différents paramètres d'impression puis aborde l'acier utilisé. Ensuite, les post-traitements surfaciques sont explicités, avec une attention particulière pour la méthode chimique et la fragilisation par l'hydrogène potentiellement engendrée. Le chapitre se clôt sur le développement de la problématique et les objectifs spécifiques qui y sont associés.

La méthodologie aborde les paramètres d'impression utilisés puis le choix du traitement thermique ainsi que la manière de caractériser le matériau obtenu. Viennent ensuite le protocole de traitement chimique et les manières de caractériser son action sur la surface et sur le comportement mécanique de l'acier maraging.

Le chapitre de résultats commence par caractériser l'acier maraging après mise en solution solide et après durcissement structural pour ensuite aborder son comportement face au traitement chimique. Il aborde après le cas particulier des éprouvettes de fatigue pour déterminer l'impact du traitement chimique sur leur résistance. Finalement, les résultats issus de l'étude électrochimique sont développés.

Le dernier chapitre discute en premier lieu du comportement ainsi que des effets du traitement chimique et en deuxième lieu de l'étude électrochimique. Il traite ensuite des effets du traitement thermique choisi sur l'acier maraging pour finir sur une étude du comportement de l'acier après traitement chimique.



## **CHAPITRE 1**

### **REVUE DE LITTÉRATURE**

Le présent chapitre fait état des connaissances actuelles au sujet du procédé de fabrication additive métallique et des paramètres associés. Il traite ensuite de l'acier maraging et de son traitement thermique puis du post-traitement de finition de surface, avec un intérêt tout particulier pour la finition de surface par méthode chimique. L'avant-dernière section développe le phénomène de fragilisation par l'hydrogène pouvant apparaître. En conclusion, une problématique et ses objectifs spécifiques associés sont explicités. L'objectif général du projet est de vérifier que le gain mécanique dû à l'amélioration d'état de surface par traitement chimique est supérieur à la perte due à la fragilisation par l'hydrogène, dans le comportement en fatigue de l'acier maraging issu de la fabrication additive et traité thermiquement.

#### **1.1 PROCÉDÉ DE FABRICATION ADDITIVE MÉTALLIQUE ET APPLICATIONS**

Les procédés de fabrication additive métalliques peuvent être séparés en deux grandes familles : les procédés à fusion de lit de poudre et les procédés à déposition de matière. Les procédés à fusion de lit de poudre sont la fusion sélective par laser [*Selective Laser Melting* ou *SLM* en anglais], le soudage sélectif par laser [*Selective Laser Sintering* ou *SLS* en anglais] et la fusion par faisceau d'électrons [*Electron Beam Melting* ou *EBM* en anglais]. Les procédés à déposition de matière sont la poudre soufflée et l'alimentation par un fil de métal. L'ensemble de ces procédés repose sur la fonte d'un apport métallique grâce à un apport énergétique intense en un point. Les caractéristiques microstructurales, mécaniques et physiques des pièces obtenues dépendent du procédé utilisé, des paramètres d'impression et

des caractéristiques du matériau source, dans notre cas de la poudre métallique (Hassanin, Elshaer, Benhadj-Djilali, Modica, & Fassi, 2018).

### 1.1.1 Fusion sélective par laser

Le procédé de fabrication additive utilisé pour notre application est la fusion sélective par laser d'un lit de poudre métallique. Dans ce procédé, un laser apporte suffisamment d'énergie pour faire fondre localement une fine couche de poudre, qui formera un ensemble solide lors de sa solidification. Une fois cela fini, une nouvelle couche de poudre est étalée par un couteau sur la précédente et l'opération est réitérée jusqu'à obtenir une pièce terminée. La figure 1 détaille le procédé à travers un schéma explicatif. La figure 2 est une photographie d'une impression en cours. La géométrie de la pièce est modélisée en trois dimensions à l'aide d'un logiciel de conception assistée par ordinateur. Le modèle est ensuite découpé en fines tranches afin de déterminer la géométrie de chaque couche à imprimer (Hassanin *et al.*, 2018).

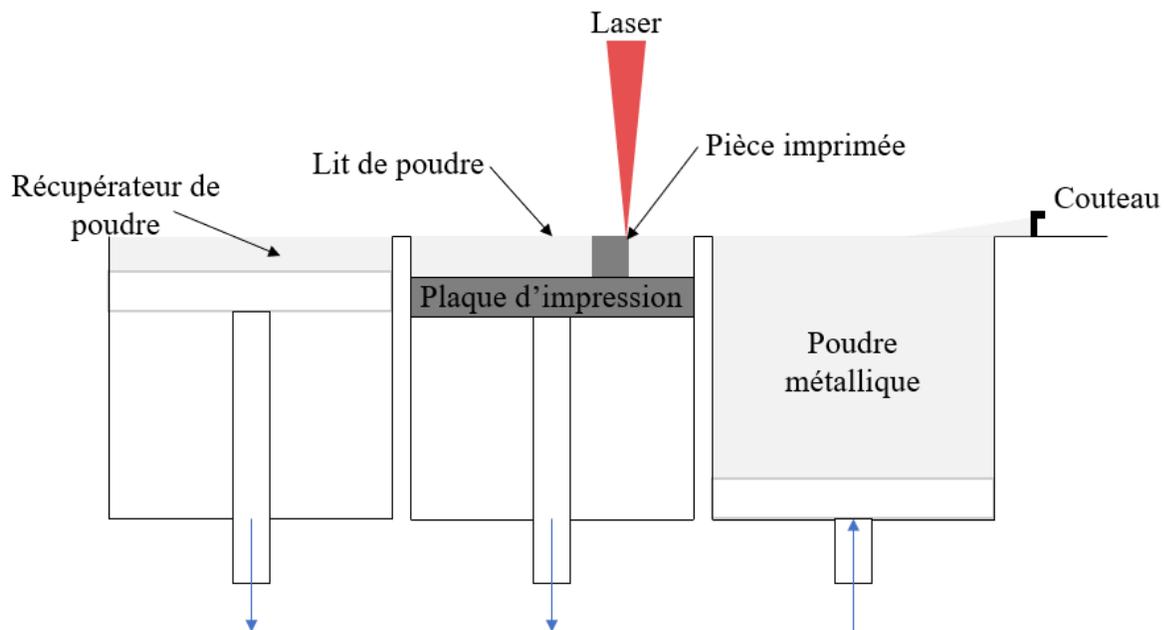


Figure 1. Schéma explicatif du procédé de fusion sélective par laser

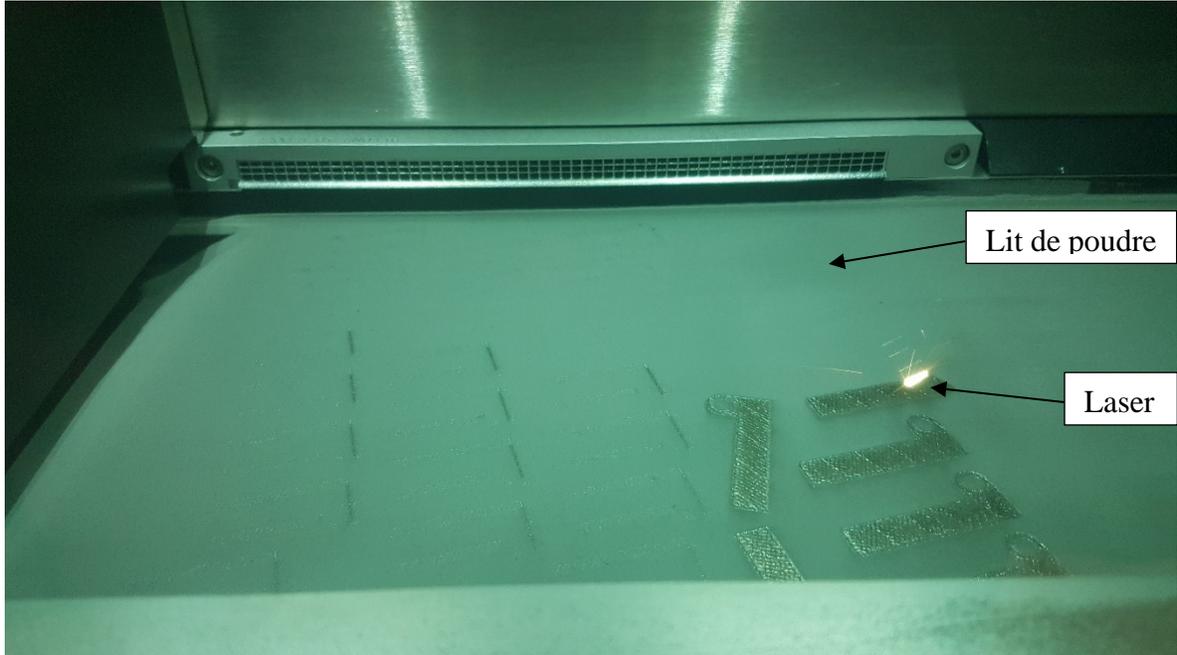


Figure 2. Photographie d'une impression par fusion sélective par laser

Les pièces obtenues peuvent être de géométrie complexe tout en ayant une forme quasi définitive, c'est-à-dire avec un haut degré de précision. Ce procédé est celui qui apporte le meilleur état de surface par rapport aux autres technologies de fabrication additive métallique. Cette caractéristique permet parfois d'éviter un post-traitement complexifié par la géométrie de la pièce. Les matériaux les plus utilisés pour ce procédé sont le titane et ses alliages, les alliages d'aluminium, les aciers et les superalliages à base de nickel. Certains de ces métaux possèdent une résistance élevée et ne sont pas couramment utilisés avec les procédés conventionnels (Hassanin *et al.*, 2018). Les pièces obtenues sont également denses jusqu'à 99,9 %, ce qui permet l'obtention de bonnes propriétés mécaniques (Hassanin *et al.*, 2018; Mutua, Nakata, Onda, & Chen, 2018).

La fusion sélective par laser est aussi connue sous le nom de soudage direct par laser de métal (*Direct Metal Laser Sintering* ou *DMLS*) (Kučerová, Zetková, Jandová, & Bystrianský, 2019). Ces deux appellations sont des marques déposées (*Fabrication additive*

*métallique – Les fondamentaux*, 2019). Les sources utilisées dans ce mémoire porteront donc sur le procédé de SLM comme sur le procédé de DMLS.

### **1.1.2 Applications générales**

La fabrication additive métallique est reliée à une nouvelle méthode de conception. Les modes de pensée liés aux procédés plus conventionnels, comme la fabrication soustractive (usinage) ou le moulage, sont réformés. La liberté de design issue du procédé permet de concevoir des pièces novatrices et optimisées topologiquement. Associé au choix de nouveaux alliages, il en résulte le plus souvent une amélioration des performances, un gain d'ergonomie ou une économie de matière. La conception pour la fabrication additive permet donc de diminuer les pertes de matières, le coût des pièces et le temps nécessaire à leur commercialisation (Brent, Saunders, Garcia Moreno, & Tyagi, 2016; Hassanin *et al.*, 2018; Mutua *et al.*, 2018). Ces caractéristiques prometteuses sont prisées des domaines du médical, des transports, de l'aérospatial et du militaire, qui ont massivement investi afin de contribuer au développement de cette technologie (Hassanin *et al.*, 2018). Les propriétés mécaniques des pièces sont souvent égales ou supérieures aux propriétés de ces mêmes pièces obtenues à l'aide de techniques conventionnelles. Ainsi, la fabrication additive n'est plus uniquement destinée à un prototypage rapide, mais aussi à la commercialisation de pièces issues de cette technologie (Mutua *et al.*, 2018).

Les volumes d'impression les plus courants vont de 100 x 100 x 100 mm<sup>3</sup> à 800 x 400 x 500 mm<sup>3</sup>. La taille est un facteur limitant pour certaines applications. Toutefois, les prothèses et implants dans le domaine médical, ou les injecteurs de carburant dans le domaine aéronautique issus de fabrication additive sont plus performants et adaptés aux utilisations (*Fabrication additive métallique – Les fondamentaux*, 2019). Il en est de même pour les canaux de refroidissement de moules ou noyaux, qui permettent un refroidissement bien plus efficace en suivant directement les surfaces à refroidir (Kučerová *et al.*, 2019).

## 1.2 INFLUENCE DES PARAMÈTRES D'IMPRESSION ET DU DESIGN

Actuellement, le critère limitant la fabrication additive métallique est l'état de surface obtenu (Hassanin *et al.*, 2018; Matos, Rocha, & Costa, 2021; Nutal, 2019). L'état de surface affecte la résistance mécanique du matériau, notamment sa tenue en fatigue et sa résistance à la corrosion (Hassanin *et al.*, 2018; Tyagi, Goulet, Riso, & Garcia-Moreno, 2019). L'état de surface peut être amélioré par le choix des paramètres d'impression, des caractéristiques de la poudre métallique et le post-traitement (Bezuidenhout *et al.*, 2020; Hassanin *et al.*, 2018; Matos *et al.*, 2021). Pour le procédé de fusion laser sur lit de poudre, la rugosité arithmétique moyenne atteignable est généralement comprise entre 10 et 20 micromètres (Hassanin *et al.*, 2018).

### 1.2.1 Influence des paramètres d'impression

#### a) Épaisseur des couches

Le premier paramètre d'impression influant sur l'état de surface est l'épaisseur des couches. En effet, un escalier dû à l'empilement de ces couches apparaît sur les surfaces non horizontales ou non verticales (Hassanin *et al.*, 2018; Kumbhar & Mulay, 2018; Nutal, 2019). Ce phénomène est illustré par la figure 3. Diminuer cette épaisseur permet de diminuer le phénomène d'escalier. En revanche, cela augmente grandement le temps d'impression et demande une poudre plus fine et très homogène, donc plus coûteuse. Il arrive aussi que les limites techniques de la machine soient atteintes (Hassanin *et al.*, 2018). Actuellement, l'épaisseur des couches varie entre 20 et 100 micromètres (Kučerová *et al.*, 2019). Le choix d'épaisseur de couches est donc dépendant de la machine et de la poudre utilisées ainsi que des caractéristiques désirées en sortie d'impression.

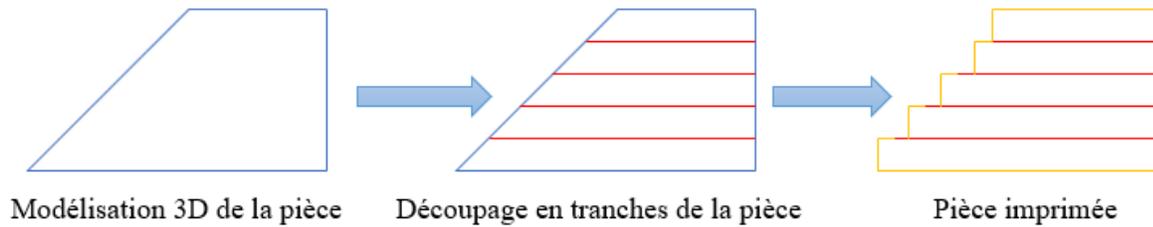


Figure 3. Effet escalier lors de l'impression

**b) Densité énergétique et taux de chevauchement**

D'autres paramètres influant sur la rugosité obtenue sont la vitesse du balayage laser, le cheminement laser et la puissance du laser. En effet, ils impactent la fusion de la poudre. Une fusion partielle engendre une texture chaotique. Ces paramètres peuvent être optimisés afin de minimiser la rugosité arithmétique moyenne. La puissance du laser possède plus d'influence que la vitesse et le cheminement du laser (Hassanin *et al.*, 2018). L'état de surface est encore plus affecté dans les surfaces internes, où de la poudre métallique peut rester collée (Pawan Tyagi *et al.*, 2019). Il s'agit de la coalescence de particules non fondues sur le contour des pièces (Bezuidenhout *et al.*, 2020; Nutal, 2019).

Afin de qualifier la quantité d'énergie reçue par la poudre, les concepts de densité énergétique et de taux de chevauchement sont utilisés (Mutua *et al.*, 2018). La densité énergétique se calcule à l'aide de l'équation (1) (*Fabrication additive métallique – Les fondamentaux*, 2019; Mutua *et al.*, 2018).

$$E = \frac{P}{v \cdot h \cdot t} \text{ avec } \begin{cases} E \text{ densité énergétique (J/mm}^2\text{)} \\ P \text{ puissance du laser (W)} \\ v \text{ vitesse de balayage du laser (mm/s)} \\ h \text{ écart entre deux passages du laser (mm)} \\ t \text{ épaisseur de couche (mm)} \end{cases} \quad (1)$$

Une densité énergétique trop faible ou trop importante entraîne la formation de porosités, ce qui diminue la densité de la pièce (*Fabrication additive métallique – Les fondamentaux*, 2019; Mutua *et al.*, 2018). En effet, une quantité excessive d'énergie cause un large bain de fusion. Cela engendre des porosités très circulaires dues aux gaz piégés lors du refroidissement et une sphéroïdisation du bain de fusion lors du refroidissement. Une quantité d'énergie trop faible engendre des porosités très larges et irrégulières orientées selon le cheminement laser et la direction d'impression. Lorsque la densité énergétique est optimale, la rupture de l'acier maraging à 18 % de nickel brut d'impression est une rupture ductile. Dans le cas contraire, la rupture peut être fragile (Mutua *et al.*, 2018).

Le taux de chevauchement se calcule à l'aide de l'équation (2) (Mutua *et al.*, 2018).

$$t_c = 100 \left(1 - \frac{h}{d}\right) \text{ avec } \begin{cases} t_c \text{ taux de chevauchement (\%)} \\ h \text{ écart entre deux passages du laser (mm)} \\ d \text{ diamètre du faisceau laser (mm)} \end{cases} \quad (2)$$

Le choix du taux de chevauchement est également important. En effet, un taux trop important détériore l'état de surface par la vaporisation de certaines particules de poudre. Un taux trop faible implique la formation de pores et de zones non fondues dans le balayage laser ( $h$  est trop grand), ce qui est aussi néfaste pour l'état de surface (Mutua *et al.*, 2018).

La densité énergétique et le taux de chevauchement ainsi que tous les paramètres sous-jacents impliqués peuvent être choisis en fonction des caractéristiques de pièce désirées. Ils peuvent aussi être fournis par le constructeur de l'imprimante ou le fournisseur de poudre en tant que « recette d'utilisation ». Dans notre étude, nous utiliserons une recette fournie par l'entreprise EOS GmbH.

### c) Autres paramètres

À haute température, l'atmosphère doit être inerte par rapport au métal (Buvron & Combe, 2018). C'est pourquoi afin d'éviter l'oxydation des pièces pendant l'impression, la chambre de fusion sélective par laser est habituellement remplie d'azote (Kučerová *et al.*, 2019). Pour certains matériaux, comme l'alliage d'aluminium AlSi10Mg, EOS GmbH recommande l'utilisation d'argon.

#### 1.2.2 Influence du design

L'orientation d'impression d'une surface influe sur l'état de surface obtenu. Une surface orientée de 5° à 30° par rapport à la plateforme d'impression sera plus susceptible d'avoir un état de surface dégradé (Hassanin *et al.*, 2018; Kučerová *et al.*, 2019). Ainsi, orienter une pièce lors de son impression afin d'optimiser l'état de surface des surfaces les plus importantes peut être judicieux. La figure 4 fournit des mesures effectuées.

Certaines orientations ne sont pas directement imprimables et nécessitent l'ajout de supports de fabrication. Ces supports permettent le maintien de la surface, la dissipation de la chaleur et d'éviter les déformations dues aux contraintes résiduelles (*Fabrication additive métallique – Les fondamentaux*, 2019). Ils sont à retirer lors du post-traitement, étape qui va conditionner l'état de surface obtenu aux points d'accroche pièce / support. Malgré les supports, une complexité de pièce trop importante peut engendrer une distorsion ou une fissuration, à cause du gradient de température élevé inhérent à l'impression. Lorsque la pièce n'est pas fissurée, les contraintes résiduelles peuvent être diminuées après l'impression grâce à un traitement thermique approprié (Kučerová *et al.*, 2019).

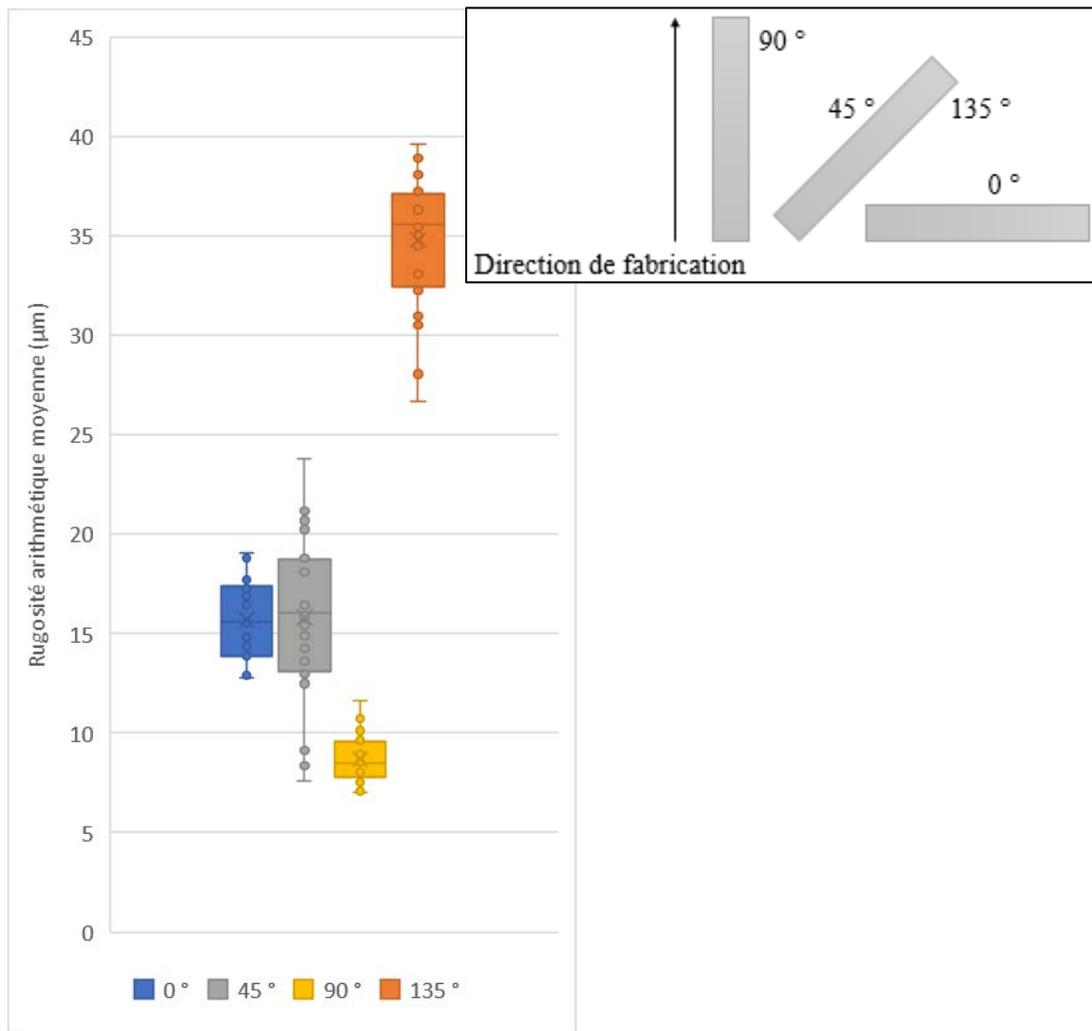


Figure 4. Rugosité arithmétique moyenne en fonction de l'orientation d'impression  
(8 échantillons par direction de fabrication, 3 répliques par échantillon)

### 1.3 CARACTÉRISATION DU MATÉRIAU UTILISÉ : L'ACIER MARAGING

Les aciers maraging sont des aciers alliés à haute résistance contenant très peu de carbone. Leurs éléments d'alliages principaux sont le nickel (Ni), le cobalt (Co), le molybdène (Mo), le titane (Ti) et l'aluminium (Al). Afin d'obtenir une haute résistance, ces aciers nécessitent un traitement thermique composé de deux phases : une mise en solution

solide et un vieillissement [aussi appelé durcissement structural]. La mise en solution solide forme une structure martensitique facilement usinable. Le vieillissement augmente la résistance mécanique et la dureté par la précipitation des phases intermétalliques (Kučerová *et al.*, 2019). Les aciers maraging présentent donc une bonne résistance, une faible déformation et une faible dilatation thermique (Kučerová *et al.*, 2019; *Report on the fourth maraging-steel project review*, 1964). Le vieillissement présente l'avantage de ne pas demander l'utilisation de températures très élevées. La limite d'élasticité la plus couramment atteinte est comprise entre 1400 et 1900 MPa (*Report on the fourth maraging-steel project review*, 1964). Ils sont souvent utilisés dans les applications associant fiabilité et excellentes caractéristiques mécaniques, comme l'industrie automobile ou le moulage sous pression (Kučerová *et al.*, 2019; Mutua *et al.*, 2018).

Le terme acier maraging est une appellation générale regroupant les aciers à structure martensitique (*mar*) subissant un traitement thermique de vieillissement (*aging* ou vieillissement en anglais) (Hall & Slunder, 1968). Les dénominations de l'acier maraging utilisés sont X3NiCoMoTi 18-9-5, 1.2709 ou 18 % Ni Maraging 300. La poudre utilisée dans ce projet est vendue par EOS GmbH sous le nom de *Maraging Steel 1* (MS1). Ce fournisseur est également celui de l'imprimante utilisée : une EOS M290.

Cet acier a dernièrement attiré l'attention, car il s'est révélé aisément imprimable en 3D avec les procédés laser, comprenant la fusion sélective par laser d'un lit de poudre métallique (Kwon, Casati, Coduri, Vedani, & Lee, 2019). À l'origine, le développement de l'acier maraging à 18 % de nickel a fourni un nouveau matériau pouvant atteindre jusqu'à 2 400 MPa de résistance aux concepteurs de fusées. Grâce à sa composition riche en nickel, en cobalt et molybdène, cet acier forme aussi naturellement un film d'oxydes qui le protège (Depétris-Wéry, 2019; Lamb, Young, & Ng, 1973).

### 1.3.1 Caractérisation de la poudre utilisée

Le tableau 1 fournit la composition chimique de la poudre de MS1 utilisée.

Tableau 1  
Composition chimique de la poudre de MS1, en % de la masse totale

Fe	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Cr	Cu	C	Mn	Si	P	S
Équilibre	17,00– 19,00	8,50 – 9,50	4,50 – 5,20	0,60 – 0,80	0,05 – 0,15	0,00 – 0,50	0,00 – 0,50	≤ 0,03	≤ 0,10	≤ 0,10	≤ 0,01	≤ 0,01

Source : EOS (2017)

La poudre est obtenue par atomisation gazeuse, qui produit des particules sphériques assez régulières. Ce procédé consiste à se faire rencontrer un flux de métal fondu et un flux de gaz à haute vitesse. Le métal liquide forme alors de fines gouttelettes qui en se solidifiant forment les grains de poudre (Kučerová *et al.*, 2019).

Dans sa documentation technique, EOS (2017) annonce seulement que la taille maximale des grains de poudre est de 63  $\mu\text{m}$ . La poudre MS1 fournie par EOS GmbH a alors été caractérisée par Kučerová *et al.* (2019). L'étude montre que les particules sont majoritairement sphériques avec une taille moyenne de 24,8  $\mu\text{m}$ . 60 % des particules possèdent une taille comprise entre 20 et 30  $\mu\text{m}$ . Certaines particules ont une taille plus importante et sont accompagnées de satellites attachés, cela est cohérent avec l'utilisation du procédé d'atomisation gazeuse. Enfin, la microdureté mesurée des particules est de 336 HV 0.01 quand la littérature indique la plage 286 – 357 HV 0.01 (Kučerová *et al.*, 2019).

Selon Mutua *et al.* (2018), la poudre d'acier 18 % Ni Maraging 300 possède une microstructure entièrement martensitique.

### 1.3.2 Traitement thermique de l'acier maraging

Un traitement thermique modifie la microstructure d'une pièce, en surface ou à cœur, afin d'obtenir des propriétés bénéfiques pour son utilisation (Buvron & Combe, 2018). Dans son état tel qu'imprimé, l'acier maraging est principalement martensitique et contient peu d'austénite (Mutua *et al.*, 2018).

#### 1.3.2.1 Mise en solution solide

Après une mise en solution solide, la structure du MS1 est entièrement martensitique (structure cubique centrée) grâce à une haute teneur en nickel et une presque absence de carbone. Il est alors ductile et déformable avec une dureté d'environ 30 HRC. Ce comportement est lié à la présence d'éléments d'alliage tels que le nickel, le cobalt, le molybdène et le titane (Kučerová *et al.*, 2019; Santos *et al.*, 2015).

La mise en solution solide est aussi un traitement d'homogénéisation qui permet de diminuer les contraintes résiduelles et donc le risque de fissuration de la pièce qui vient d'être imprimée. Lorsqu'elle est trop courte (20 min à 820 °C), elle n'efface pas complètement les traces du processus de solidification de l'impression (Kučerová *et al.*, 2019). Plus longue (30-60 min à 820 °C), elle retire complètement les traces du balayage laser et de la direction de solidification du bain de fusion (Kwon *et al.*, 2019; Mutua *et al.*, 2018). L'homogénéisation réduit donc l'anisotropie des pièces (EOS, 2017). Un refroidissement à l'air est suffisant pour l'obtention de la martensite (*Report on the fourth maraging-steel project review*, 1964; Santos *et al.*, 2015).

Pour finir, une bonne mise en solution solide permet aussi d'améliorer l'efficacité du vieillissement (Casati, Lemke, Tuissi, & Vedani, 2016; Mutua *et al.*, 2018).

### 1.3.2.2 Durcissement structural

Un traitement thermique de vieillissement [ou durcissement structural] est ensuite nécessaire pour révéler les excellentes propriétés mécaniques du MS1. Ces propriétés sont dues à la formation de précipités de molybdène  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  et de titane  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  dans la matrice martensitique. Le vieillissement s'effectue généralement autour de  $500\text{ }^\circ\text{C}$  (Kučerová *et al.*, 2019; Kwon *et al.*, 2019; *Report on the fourth maraging-steel project review*, 1964; Santos *et al.*, 2015).

Les choix de la température de durcissement structural et du temps d'exposition sont cruciaux, car une exposition prolongée à certaines températures peut fragiliser l'acier maraging. Il s'agit du phénomène de survieillissement. La première étape du survieillissement est un remplacement des précipités formés par les précipités  $\text{Fe}_2\text{Mo}$  et  $\text{Fe}_7\text{Mo}_6$ . La seconde est la décomposition des précipités  $\text{Ni}_3\text{Mo}$  et  $\text{Ni}_3\text{Ti}$  qui vont relâcher du nickel dans la matrice. Le nickel stimule alors la formation d'austénite (Kwon *et al.*, 2019; *Report on the fourth maraging-steel project review*, 1964). À une température trop élevée ( $650\text{ }^\circ\text{C}$ ), une exposition de trop longue durée (4 heures) transforme une grande partie de l'austénite métastable en austénite stable, qui lors du refroidissement, ne se transformera pas en martensite. Une autre étude sur la plage de températures  $760 - 980\text{ }^\circ\text{C}$  a obtenu les mêmes résultats sur la fragilisation du matériau. Il est donc important d'éviter le survieillissement sous peine d'une résistance mécanique amoindrie (*Report on the fourth maraging-steel project review*, 1964).

Le choix du refroidissement possède moins d'importance. Les trempes à l'eau et à la glace ne développent pas de propriétés mécaniques avantageuses par rapport à un refroidissement à l'air. La résistance mécanique et la ténacité ne semblent pas non plus affectées par la taille des grains après vieillissement lorsque celui-ci est bien effectué. Dans le cas contraire, un traitement de recristallisation pourrait s'avérer bénéfique. La température idéale de vieillissement est estimée à  $480\text{ }^\circ\text{C}$  (*Report on the fourth maraging-steel project review*, 1964).

Le tableau 2 ci-dessous indique les caractéristiques mécaniques de l'acier 18 % Ni Maraging 300 avant, pendant et après traitement thermique selon Kwon *et al.* (2019). Le tableau 3 les indique selon EOS (2017) après traitement thermique. On retrouve ici que les choix de la température de durcissement structural et du temps d'exposition sont cruciaux, car EOS (2017) atteint une limite ultime de 2 080 MPa à 490 °C alors que Kwon *et al.* (2019) réussissent à atteindre 2 400 MPa en travaillant à 460 °C.

Tableau 2

Caractéristiques mécaniques du 18 % Ni Maraging 300 selon Kwon *et al.* (2019)

	Limite ultime (MPa)	Allongement à la rupture (%)
Tel qu'imprimé	1 178	7,6
Après mise en solution solide (815 °C – 30 min)	1 076	3,1
Après vieillissement (460 °C – 8 h)	2 095	2,0
Après mise en solution solide et vieillissement	2 401	1,9

Source : Kwon *et al.* (2019)

Tableau 3

Caractéristiques mécaniques du 18 % Ni Maraging 300 selon EOS (2017)

	Limite ultime (MPa)	Limite élastique à 2 % (MPa)	Allongement à la rupture (%)
Après mise en solution solide et vieillissement (940 °C – 2 h puis 490 °C – 6 h)	2 080	2 000	4

Source : EOS (2017)

### 1.3.2.3 Formation et influence de la calamine

#### a) Formation

Le traitement thermique est inhérent à une utilisation justifiée de l'acier maraging. Or une couche écailleuse est formée lors de ce traitement thermique. Ces écailles hautement

adhérentes sont composées d'oxydes formés à haute température (Lamb *et al.*, 1973; Srinivasan, Marikkannu, Ramu, & Balakrishnan, 1994). Les couches formées par les oxydes NiO et FeO sont particulièrement couvrantes et compactes sur l'acier (Antoni & Galerie, 2003). Elles sont dues aux interactions entre la surface de la pièce et l'atmosphère gazeuse du four (Buvron & Combe, 2018). L'oxygène moléculaire est le principal élément responsable de l'oxydation (Laurent & Alain, 2002). Le phénomène d'oxydation thermique apparaît à partir de 550 °C pour les aciers. Dans l'air à 900 °C, le fer présente une importante susceptibilité au phénomène quand le nickel en présente une légèrement inférieure (Parry, 2015). Cette couche d'oxydes, aussi appelée calamine, est composée de contaminants minéraux chimiquement très stables. Elle est généralement éliminée par un décapage (Buvron & Combe, 2018). Il est donc normal de prévoir le retrait de cette couche lors d'un ultérieur post-traitement (Lamb *et al.*, 1973).

La calamine formée au cours d'un traitement thermique à haute température d'un acier allié est composée d'un empilement de différents oxydes. Cet empilement peut être décomposé en plusieurs zones :

- Une zone externe peu ou pas soluble dans les acides minéraux, principalement constituée d'hématite et de magnétite
- Une zone interne à base de protoxyde de fer, soluble dans les acides minéraux
- Une zone mixte, composée de protoxyde de fer, de produits de sa réaction avec les oxydes d'éléments métalliques et de particules métalliques
- Une zone dans laquelle le métal est altéré

Le protoxyde de fer étant instable au-dessous de 570 °C, il se décompose en fer et en magnétite. Cette décomposition va être plus ou moins complète selon la vitesse de refroidissement (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001b). La magnétite est située sous l'hématite. L'épaisseur de la zone externe, dite de haute température, croît avec la montée de

la température (Jean, 2012). Enfin, les séparations entre les couches ne sont pas toujours très nettes (Depétris-Wéry, 2019; Jean, 2012).

Une dernière zone, la plus éloignée du métal, peut aussi exister. Il s'agit d'une zone contaminée par les composés organiques ou autres de l'atmosphère ambiante. Son épaisseur ne dépasse pas les quelques nanomètres (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001b). La figure 5 résume schématiquement la composition de la calamine.

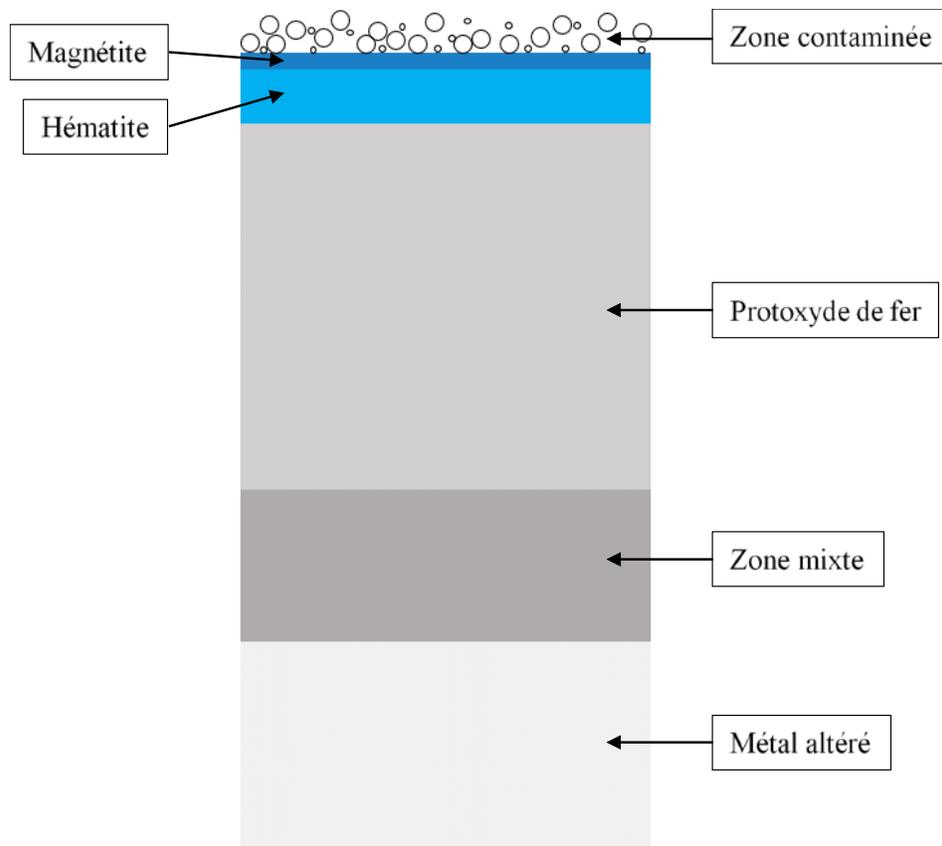


Figure 5. Schéma des différentes couches composant la calamine. Inspiré de Wéry (2001b)

## **b) Influence**

Dans le cas d'un canal de refroidissement, deux problèmes apparaissent avec la présence de calamine : les échanges de chaleur sont diminués (les oxydes possèdent une plus faible conductivité thermique que les métaux) et le canal peut facilement être érodé ou bouché lorsque les écailles d'oxydes vont se détacher (Laurent & Alain, 2002).

## **1.4 POST-TRAITEMENT DE FINITION DE SURFACE : INTÉRÊTS ET MÉTHODES**

Tout comme dans les procédés de fabrication conventionnels, lorsque le travail sur la fabrication de la pièce ne suffit pas à obtenir un état de surface suffisant, une phase de post-traitement de finition de surface est établie.

Dans le post-traitement, une phase de préparation de surface peut exister et alors agir sur la rugosité, la mouillabilité, la dureté, les contraintes superficielles ou sur la nature des composés superficiels, selon le type d'opération utilisée (Deruelle, 1998).

### **1.4.1 Intérêts de la finition de surface**

Le fini de surface fait partie des propriétés les plus importantes dans les standards de qualité des pièces mécaniques. Un mauvais fini de surface peut engendrer une diminution drastique de la tenue en fatigue (Afkhami, Dabiri, Alavi, Björk, & Salminen, 2019; Bezuidenhout *et al.*, 2020; Brent *et al.*, 2016; Hassanin *et al.*, 2018; Meneghetti, Rigon, & Gennari, 2019; Nutal, 2019). En effet, un mauvais fini de surface facilite la formation de fissures. Il influe ainsi sur la résistance mécanique en fatigue et sur la résistance à la corrosion. De ce fait, les pièces issues de fabrication additive doivent subir un post-traitement, lorsque l'optimisation des paramètres d'impression ne suffit plus (Brent *et al.*,

2016; Hassanin *et al.*, 2018). Ce post-traitement peut modifier l'ensemble des propriétés des pièces (Mutua *et al.*, 2018). Il est donc conseillé de le spécifier dès la conception de la pièce.

#### **1.4.2 Méthodes de finition de surface**

Le grenailage et l'usinage permettent d'améliorer l'état de surface de pièces obtenues par fusion laser de lit de poudre (Kumbhar & Mulay, 2018). D'autres méthodes sont utilisées afin d'améliorer l'état de surface de pièces à géométrie complexe issues de fabrication additive métallique. Parmi celles-ci, on retrouve le polissage par laser, le polissage chimique ou l'électropolissage (Hassanin *et al.*, 2018; Nutal, 2019). Dans le cas spécifique des canaux de refroidissement, le procédé d'usinage par flux abrasif convient particulièrement (Butola *et al.*, 2018; Duval-Chaneac *et al.*, 2018).

##### **a) Polissage laser**

Le polissage laser repose sur une seule technique : un laser fait fondre la surface de la pièce afin de diminuer sa rugosité. En effet, la zone fusionnée se nivelle par elle-même en subissant des efforts de gravitation et de tension (Hassanin *et al.*, 2018; Nutal, 2019). Cette technique peut être appliquée pendant l'impression et est alors appelée refonte par laser (Hassanin *et al.*, 2018). La refonte par laser peut être effectuée en modifiant l'écartement du balayage du faisceau laser (Mutua *et al.*, 2018).

La refonte par laser n'est pas étudiée dans ce mémoire.

## **b) Polissage chimique**

Le polissage chimique est utilisé pour maîtriser l'aspect de la surface par dissolution chimique contrôlée (Deruelle, 1998). La surface est alors uniformisée, car le composé chimique attaque plus fortement les pics que les creux (Hassanin *et al.*, 2018; Nutal, 2019). L'avantage de ce procédé est qu'il peut être appliqué quelle que soit la géométrie de la pièce, y compris lorsque le polissage mécanique est inenvisageable (Hassanin *et al.*, 2018; Srinivasan *et al.*, 1994; Pawan Tyagi *et al.*, 2019; Zhang, Li, Che, Yang, & Tian, 2019). Il est généralement préférable d'utiliser des composés dilués afin d'avoir un meilleur contrôle du polissage par rapport au temps écoulé (Hassanin *et al.*, 2018; Łyczkowska, Szymczyk, Dybała, & Chlebus, 2014). Le polissage chimique permet donc d'améliorer l'état de surface d'une pièce. Il permet aussi de retirer les particules non fondues piégées dans les porosités ouvertes de la pièce (Łyczkowska *et al.*, 2014). Les grains de poudre partiellement fondus sont également retirés. Toutefois, lors de la conception des pièces, on ne doit pas oublier la prise en compte de la variation dimensionnelle due à l'attaque chimique (Pyka *et al.*, 2012). Enfin, le polissage chimique est efficace pour éliminer la microrugosité, mais reste limité pour l'élimination de l'ondulation (Natal, 2019).

Le polissage chimique est retenu comme post-traitement de surface dans ce mémoire.

## **c) Électropolissage**

L'électropolissage, ou polissage électrochimique, possède les mêmes avantages que le polissage chimique. Cette méthode consiste à placer la pièce dans une solution électrolytique avec une cathode. Si la pièce est soumise à un courant électrique, celle-ci va jouer le rôle d'anode. La couche superficielle de la pièce, contenant les oxydes formés par le procédé de fusion laser sur lit de poudre, va alors migrer vers la cathode (Hassanin *et al.*, 2018). Toutefois, l'électropolissage est limité par la nécessité de maintenir une certaine proximité

entre l'anode et la cathode. Un électropolissage optimal demande aussi un ratio entre les surfaces anodique et cathodique, qui peut être complexe à respecter. De plus, les déchets issus de l'électropolissage peuvent ne pas être éliminés à cause d'un brassage insuffisant dans les cavités internes difficilement accessibles. L'électropolissage optimal peut donc être irréalisable dans certaines géométries de fabrication additive (Pawan Tyagi *et al.*, 2019).

#### **d) Usinage par flux abrasif**

Les canaux de refroidissement conforme issus de la fabrication additive étant de plus en plus répandus dans l'industrie du moulage, les scientifiques ont cherché des méthodes afin d'améliorer leur état de surface et leur durée de vie en fatigue (Duval-Chaneac *et al.*, 2018). L'usinage par flux abrasif a montré son efficacité. Un transporteur polymérique et des grains abrasifs circulent dans le canal et diminuent sa rugosité (Butola *et al.*, 2018; Duval-Chaneac *et al.*, 2018). Ce procédé n'étant pas généralisable à l'amélioration de l'état de surface de manière globale, il ne sera pas étudié dans ce mémoire.

## **1.5 FINITION DE SURFACE PAR MÉTHODE CHIMIQUE**

La finition de surface par méthode chimique (décapage et polissage) de l'acier maraging n'a été que très peu étudiée. Toutefois, l'état de l'art établi par Depétris-Wéry (2019) montre que les procédés chimiques sont connus et contrôlés pour l'acier inoxydable et le titane. Les solutions à base d'acide fluorhydrique sont souvent utilisées en raison de leur efficacité (Natal, 2019; Pyka *et al.*, 2012). Comme le montrent les nombreuses sources présentes dans la littérature (Bezuidenhout *et al.*, 2020; Dolimont, Demarbaix, Ducobu, & Riviere-Lorphevre, 2019; Pyka *et al.*, 2012; Soro, Saintier, Attar, & Dargusch, 2020; Zhang *et al.*, 2019), le matériau issu de fabrication additive pour lequel la finition de surface par méthode chimique a été la plus étudiée est le Ti6Al4V.

Parmi les premiers polissages de l'acier maraging, certains avaient pour objectif de le préparer au recouvrement par une couche protectrice dans les réservoirs d'hydrazine des fusées. Il s'agissait alors d'améliorer l'état de surface de l'acier, mais aussi de l'écailler, de retirer la couche formée lors du traitement thermique. Le retrait des écailles non accessibles a toujours été source de difficultés (Lamb *et al.*, 1973). Ces polissages comprenaient donc une phase de décalaminage.

Le décalaminage [ou décapage] consiste à éliminer les couches d'oxydes anhydres apparues suite aux hautes températures du traitement thermique. Ce retrait constitue une préparation de la surface, ou finition, avant l'exploitation industrielle. Les méthodes pouvant être utilisées sont chimiques, électrochimiques, mécaniques ou thermiques (Deruelle, 1998). L'objectif final est de mettre à nu la surface sans modification de ses propriétés intrinsèques et dimensionnelles (Depétris-Wéry, 2019).

## **1.5.1 Décalaminage chimique**

### **1.5.1.1 Principe général**

La méthode chimique consiste à tremper la surface dans un bain acide. Ce bain est majoritairement composé d'acides minéraux, car les oxydes métalliques sont basiques (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001a). Deux réactions existent alors :

- La dissolution dans un acide fort (oxyde + fer + acide → sel ferreux + eau)
- L'attaque de l'acier, qui permet un décollement des couches d'oxydes (acier + acide → sel ferreux + hydrogène + eau)

Lorsque le décapage chimique est effectué, l'oxyde superficiel est dissous puis le métal est corrodé (Buvron & Combe, 2018; Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001b).

Dans le modèle de Baud et Ferrier (1978), le décapage chimique est composé de trois phases principales :

- Percolation de l'acide dans le réseau cristallin de la calamine
- Apparition de bulles d'hydrogène et détachement de lambeaux insolubles
- Desquamation de la couche de calamine

Des résidus de calamine peuvent toutefois subsister et être difficiles à éliminer lors du rinçage (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001a).

L'acier maraging étant allié, la couche de calamine est renforcée par ses éléments d'addition. Cela ralentit le décapage (Buvron & Combe, 2018; Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001a). Les éléments concernés sont le nickel, le cobalt et le molybdène qui permettent une passivation naturelle de l'acier (Depétris-Wéry, 2019; Lamb *et al.*, 1973). Une couche de durcissement structural possède un caractère réducteur et doit préalablement être oxydée avant d'être décapée. Certains aciers spéciaux et alliages à base de nickel peuvent même nécessiter une activation de la surface. Cette activation s'effectue dans un bain d'acide chlorhydrique à 65 % en volume à une température de 50 à 55 °C pendant environ 2 minutes (Depétris-Wéry, 2019).

#### 1.5.1.2 Influence de la composition de la solution

Les solutions d'acide chlorhydrique sont souvent employées à température ambiante quand celles d'acide sulfurique le sont à des températures supérieures à 60 °C. Le décapage chlorhydrique présente des intérêts tels que son efficacité à température ambiante et le faciès obtenu (homogène et gris clair métallisé). Il possède également un pouvoir décapant quatre fois plus important que le décapage sulfurique, à concentration et température égales. Les proportions des divers acides et la température de la solution décapante doivent être adaptées

à la composition, à la structure de l'acier ainsi qu'aux caractéristiques finales visées (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001a).

En milieu chlorhydrique, l'évolution de la vitesse de décapage en fonction de la concentration en acidité montre qu'il existe une concentration optimale. Une fois dépassée, le décapage perd en efficacité. Pour gagner en efficacité, il est nécessaire d'augmenter mécaniquement le degré de fissuration de la calamine. En effet, cela va permettre une plus grande infiltration de l'acide par les microfissures de la zone externe vers le protoxyde de fer qui va être dissous (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001a). Il est donc contreproductif d'utiliser des solutions trop concentrées.

La vitesse de décapage dépend de la concentration en acide libre, de la concentration en fer dissous et de la température (Depétris-Wéry, 2019; Jean, 2012; Wéry, 2001a). Elle dépend également du type d'oxyde présent (Jean, 2012). Une faible concentration en acide va augmenter le temps de décapage (Wéry, 2001a). Par ailleurs, un décapage trop long, donc une concentration en fer dissous trop importante, va bloquer la réaction. Enfin, le rajout d'inhibiteurs de corrosion dans la solution de décapage permet de diminuer la dissolution du métal et donc de limiter la potentielle détérioration d'état de surface (Depétris-Wéry, 2019). L'utilisation d'acide chlorhydrique et sa potentielle corrosion par piqûres sont particulièrement visées (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001a). Les inhibiteurs permettent, en plus d'éviter une rugosité superficielle élevée (détérioration de la pièce), de diminuer la consommation d'acide et l'adsorption d'hydrogène (Jean, 2012). L'inhibiteur choisi dépend de la solution acide et de la nature du métal. Il doit aussi présenter un compromis entre efficacité inhibitrice importante lors du décapage et désorption aisée une fois celui-ci effectué. L'adsorption de l'inhibiteur peut en effet bloquer des réactions en milieu acide ultérieures, comme le polissage chimique (Depétris-Wéry, 2019).

Dans le cas d'aciers inoxydables, composés de nombreux oxydes différents, l'utilisation d'une solution nitrofluorhydrique permet l'obtention d'un bon état de surface (Depétris-Wéry, 2019; Wéry, 2001a). Toutefois, le procédé fluorhydrique peut entraîner de graves brûlures, des nécroses importantes et une perturbation de différents cycles

métaboliques (Dibbell, Iverson, Jones, & Laub, 1970; McCulley, Whiting, Pettitt, & Lauber, 1983; Su, 2015). Le procédé nitrofluorhydrique sera donc proscrit dans notre étude. D'autres procédés de décapage tels que l'utilisation de pâtes de décapage ou le décalaminage thermochimique en soude fondue, décrits par Depétris-Wéry (2019) et Wéry (2001a), ont été évités. En effet, ils utilisent le procédé fluorhydrique ou des installations industrielles difficilement accessibles.

### 1.5.2 Polissage chimique

L'étude de la littérature portant sur le polissage des alliages de titane et des aciers inoxydables permet une meilleure compréhension du procédé. Pellereau, Cuntz, et Cordier (1994) nous indiquent que diminuer le dégagement d'hydrogène gazeux peut diminuer son absorption par le titane et ses alliages. La présence d'un tensioactif permet aussi de diminuer le temps d'induction de la réaction et aide à uniformiser l'attaque.

Concernant les aciers inoxydables, une attaque chimique nécessite au préalable une dépassivation. Une attaque uniforme sera favorisée si elle est effectuée immédiatement après la dépassivation. Un bain de polissage suggéré est indiqué dans le tableau 4 (Pellereau *et al.*, 1994).

Tableau 4  
Composition du bain d'usinage des aciers inoxydables

Acide nitrique	2,5 à 6,5 N en $\text{NO}_3^-$
Acide chlorhydrique (36 %)	50 % en volume
Acide phosphorique	0,5 à 1,5 mol/L
Tensioactif	Oui
Fer dissous	70 à 140 g/L
Acidité	2 à 2,5 N

Source : Pellereau *et al.* (1994)

L'acide phosphorique est ici un ralentisseur d'attaque. La passivation n'apparaît pas lorsque le rapport nitrate/acidité diminue au fur et à mesure de l'attaque (Pellereau *et al.*, 1994). Une tendance à la passivation est indiquée par une vitesse d'attaque faible (Parry, 2015; Pellereau *et al.*, 1994).

L'état de surface obtenu, selon la fonction de service des pièces, ne doit pas présenter de piquûres, de marbrures, de tâches localisées de teintes foncées ou d'autres défauts d'aspect. Une souillure superficielle due à un rinçage insuffisant ou une variation de couleur due au séchage n'est généralement pas une cause de rebut. Par contre, l'homogénéité de la rugosité doit être surveillée. Elle dépend principalement de l'homogénéité de la matière (Pellereau *et al.*, 1994). Afin d'obtenir les propriétés topographiques souhaitées, il est primordial de contrôler le procédé de polissage chimique (Łyczkowska *et al.*, 2014). Les paramètres influents du procédé sont la concentration de l'acide utilisé, la température du bain et le temps de trempe de la pièce dans le bain (Lamb *et al.*, 1973). Comme le montre le tableau 4, la présence d'un inhibiteur de corrosion, d'un tensioactif et la concentration en fer dissous peuvent être ajoutées à ces paramètres.

### **1.5.3 Influence du traitement thermique sur la finition par méthode chimique**

Un des rares exemples de traitement chimique d'acier maraging présent dans la littérature est fourni par Srinivasan *et al.* (1994) : l'étude a porté sur la corrosion et le mécanisme de dissolution d'un acier maraging inoxydable en solution d'acide chlorhydrique. Les auteurs montrent que le traitement thermique de vieillissement influe sur la vitesse de corrosion, mais que le mécanisme de dissolution de l'acier reste inchangé. Ainsi, la vitesse de corrosion est plus importante pour l'acier vieilli que pour l'acier mis en solution solide.

À des fins de contrôle du procédé, il est préconisé d'effectuer la finition chimique entre la mise en solution solide et le durcissement structural.

## 1.6 FRAGILISATION PAR L'HYDROGÈNE

### 1.6.1 Principe général

La fragilisation par l'hydrogène est caractérisée par une dissolution d'hydrogène dans la matrice métallique. Celui-ci se concentre aux jonctions intergranulaires ainsi qu'aux sites interstitiels et vacants. La force de cohésion des atomes de la matrice est alors réduite, ce qui génère une déformation plastique localisée ou du clivage lors de l'application d'un chargement pour finalement débiter la fissuration. Cela se traduit de manière plus globale par une réduction de la résistance mécanique et de l'allongement à rupture (Kwon *et al.*, 2019; Ramamurthy & Atrens, 2013; Santos *et al.*, 2015). À titre d'exemples, Kwon *et al.* (2019) ont assisté à une réduction de 2 400 MPa à 300-500 MPa et de 2 % à 0,5 % selon la quantité d'hydrogène inoculée. Santos *et al.* (2015) ont assisté à une réduction de 1 900 MPa à 600 MPa et de 7 % à 1,5 % dans la condition vieillie et de 1 550 MPa à 1 500 MPa et de 10 % à 3 % dans la forme survieillie.

Le nettoyage chimique et l'usinage électrochimique sont des sources potentielles d'hydrogène (Ramamurthy & Atrens, 2013). Le décapage chimique engendre donc une fragilisation par l'hydrogène (Buvron & Combe, 2018; Wéry, 2001a). Il en est de même pour le polissage chimique (Natal, 2019; Srinivasan *et al.*, 1994). La quantité d'hydrogène absorbée croît avec le temps de décapage, la température du bain et le vieillissement du bain, qui implique une présence plus importante d'ions ferreux (Wéry, 2001a).

Une faible concentration en hydrogène peut suffire à induire une fragilisation. En effet, la concentration requise dépend en partie de la résistance élastique de l'acier. La susceptibilité de l'acier augmente avec cette résistance. Les propriétés d'absorption de l'hydrogène dépendent aussi de la composition de l'acier. Le phénomène de capture de l'hydrogène est également observé comme une partie importante de la fragilisation par l'hydrogène. Il est plus ou moins important selon la densité de pièges (microfissures par exemple) à la surface du matériau (Ramamurthy & Atrens, 2013).

Dans le cas d'une haute résistance à la traction ( $> 1\ 000$  MPa), une fragilisation par l'hydrogène peut apparaître suite au décapage (Buvron & Combe, 2018). Srinivasan *et al.* (1994) corrobore cette possibilité pour les aciers maraging. Un traitement de dégazage doit alors être effectué : un étuvage sous vide à température et durée fixées selon le matériau (Buvron & Combe, 2018; Deruelle, 1998). Afin d'éviter ces deux opérations, l'atmosphère devrait être inerte par rapport au métal. Pour l'acier maraging, l'azote est un nitrurant du titane et est neutre avec les autres éléments. L'argon et l'hélium, quant à eux, sont inertes par rapport à tous les métaux (Buvron & Combe, 2018). Notons que EOS (2017) demande l'utilisation d'une atmosphère d'azote lors de l'impression d'acier maraging. Un dégazage est un traitement thermique de désorption de l'hydrogène à  $200\ ^\circ\text{C}$  durant 3 heures (Depétris-Wéry, 2019; Jean, 2012). Ce traitement doit être effectué dans les 4 heures suivant le décapage (Jean, 2012).

Kwon *et al.* (2019) et Santos *et al.* (2015) indiquent que la fragilisation de l'acier maraging induite par l'hydrogène peut être visible à travers des essais de traction.

### **1.6.2 Influence du traitement thermique sur la fragilisation par l'hydrogène**

Pour l'acier maraging 300, il est expérimentalement montré que la susceptibilité à la fragilisation par l'hydrogène diminue respectivement dans les formes suivantes : vieillie, survieillie, homogénéisée. Les différentes formes sont obtenues des manières suivantes :

- Homogénéisée :  $820\ ^\circ\text{C}$  – 1 heure
- Vieillie :  $480\ ^\circ\text{C}$  – 3 heures
- Survieillie :  $570\ ^\circ\text{C}$  – 3 heures

Les refroidissements sont des refroidissements à l'air ambiant (Santos *et al.*, 2015). Kwon *et al.* (2019) corroborent ces résultats et ajoutent que l'absorption est aussi plus faible dans la forme mise en solution solide que dans celle tel qu'imprimée. La mise en solution

solide modifie radicalement la microstructure de l'acier et donc la concentration de sites piégeant l'hydrogène, ce qui mène à un comportement différent face à celui-ci. La baisse de susceptibilité est attribuée à la réduction de la quantité d'austénite et de dislocations (Kwon *et al.*, 2019). L'étude d'un acier maraging à 18 % de nickel a montré que cet acier reste moins susceptible à ce phénomène que les autres aciers à haute résistance (Mutua *et al.*, 2018; Poornima, Nayak, & Shetty, 2010; Rezek, Klein, & Yahalom, 1997). Cela grâce à un coefficient de diffusion de l'hydrogène plus faible (Poornima *et al.*, 2010; Rezek *et al.*, 1997). Ce coefficient est plus faible après le traitement thermique de mise en solution solide qu'après le vieillissement (Rezek *et al.*, 1997).

Avec ces informations, en considérant que le durcissement structural ne modifie pas les propriétés de surface de l'acier maraging, on préconise d'effectuer la finition chimique entre la mise en solution chimique et le durcissement structural. Cela permet d'avoir la plus petite susceptibilité à la fragilisation par l'hydrogène lors du traitement chimique.

## **1.7 PROBLÉMATIQUE ISSUE DE LA REVUE DE LITTÉRATURE**

La fabrication additive métallique et plus particulièrement la fusion sélective par laser de lit de poudre permet l'obtention de nouvelles formes qui ne pouvaient pas être obtenues à l'aide des procédés conventionnels. C'est le cas des pièces possédant une forme complexe, une cavité intérieure ou un canal de refroidissement. Lorsque le design et les paramètres d'impression sont bien choisis, ces pièces présentent souvent une amélioration des performances, un gain d'ergonomie ou une économie de matière. Toutefois, le procédé d'impression 3D est restreint par le fini de surface brut obtenu. Selon notre partenaire industriel, dans le cas particulier des canaux de refroidissement conforme, la performance est grandement améliorée, mais la durée de vie diminuée par la formation de fissures en fatigue.

L'acier maraging utilisé présente, à l'issue d'un traitement thermique en deux phases, une résistance mécanique très intéressante. Le traitement thermique d'EOS (2017) préconisé

et fourni aux industriels ne précise pas l'atmosphère de travail, mais précise que le refroidissement est à l'air. On considère donc que tout le traitement est à l'air. Or, cela engendre la formation d'une couche de calamine, notamment lors de la phase de mise en solution solide. Afin d'assurer une résistance mécanique en fatigue optimale, un post-traitement surfacique est effectué. Ce post-traitement doit contenir une phase de décapage (élimination de la calamine) et une phase de polissage (amélioration de l'état de surface). Le post-traitement par méthode mécanique de pièces complexes ou cavités internes telles que les canaux de refroidissement conforme étant difficile, voire impossible, une finition par méthode chimique a été retenue.

La méthode chimique peut cependant engendrer une fragilisation par l'hydrogène. L'acier maraging étant réputé moins susceptible à cette fragilisation que les autres aciers à haute résistance, on cherche à vérifier que le gain mécanique dû à l'amélioration d'état de surface par traitement chimique est supérieur à la perte due à la fragilisation par l'hydrogène. Cette vérification est effectuée sur des éprouvettes mimant une forme de canal de refroidissement issu de la fabrication additive, pour un traitement thermique et une finition par méthode chimique choisis. Le traitement thermique doit permettre l'obtention de caractéristiques mécaniques désirées par un industriel et donc permettre l'usinage de précision de certaines surfaces. Le bain de traitement chimique utilisé est issu de la littérature. Une phase de caractérisation de l'effet du traitement chimique sur l'acier maraging mis en solution solide est préalable à la vérification.

Une fois cette vérification effectuée, une étude exploratoire électrochimique sera menée afin de mieux comprendre les mécanismes mis en œuvre lors du traitement chimique. Cette étude fournira des pistes pour des études futures sur le traitement chimique.

## 1.8 OBJECTIFS SPÉCIFIQUES

Les objectifs spécifiques permettant de répondre à la problématique développée sont listés ci-dessous.

- 1) Choix des paramètres de traitement thermique et caractérisation
  - a. Choix de la mise en solution solide : courbe de température visée
  - b. Choix du durcissement structural : courbe de température visée
  - c. Caractérisation mécanique : essais de dureté et essais de traction
  - d. Caractérisation microstructurale : micrographies
  - e. Caractérisation de l'influence du traitement thermique sur l'état de surface

L'objectif est de déterminer les températures, temps de chauffage et taux de refroidissement pour les deux phases du traitement thermique du MS1. Cela afin d'atteindre une valeur de dureté comprise entre 48 et 52 HRC, valeur usinable par un industriel. Il est ensuite question d'établir l'impact du traitement thermique sur la microstructure et la surface des pièces.

- 2) Caractérisation de l'effet du bain de traitement chimique
  - a. Effet du bain pour un décapage
  - b. Effet du bain pour un polissage
  - c. Influence de la présence d'inhibiteur de corrosion

L'objectif est maintenant de déterminer le temps de traitement chimique, la nécessité de renouvellement du bain et la concentration d'inhibiteur de corrosion optimale afin d'obtenir un décapage de qualité ainsi qu'une amélioration d'état de surface.

### 3) Influence du traitement chimique sur la résistance en fatigue

- a. Conception d'éprouvettes mimant un canal de refroidissement
- b. Traitement chimique des éprouvettes
- c. Essais de fatigue

Pour finir, il s'agit de vérifier l'influence du traitement chimique sur deux modèles d'éprouvettes qui vont ensuite subir des essais de fatigue. Ces modèles doivent reproduire une forme de canal de refroidissement conforme. Ces essais permettront de déterminer l'effet, bénéfique ou néfaste, du traitement chimique sur le comportement mécanique de l'acier maraging traité thermiquement.

### 4) Étude exploratoire électrochimique

- a. Caractérisation des mécanismes mis en œuvre lors de la finition par méthode chimique

À l'issue des résultats précédents, il est maintenant question de chercher si une démarche d'étude électrochimique pourrait aider à améliorer les conditions d'opération du polissage chimique, qui s'est montré inefficace pour améliorer l'état de surface.



## **CHAPITRE 2**

### **MÉTHODOLOGIE**

Ce chapitre présente les équipements et protocoles expérimentaux utilisés afin de répondre aux sous-objectifs précédemment explicités. Les paramètres d'impression sont d'abord présentés. Le traitement thermique est ensuite choisi puis la méthode de caractérisation de l'acier maraging à son issue est expliquée. Les deux sections suivantes explicitent le protocole de traitement chimique et la méthode d'analyse surfacique utilisée. Après, le protocole d'étude de fatigue est exposé. Enfin, le protocole de l'étude exploratoire électrochimique est présenté.

#### **2.1 CHOIX DES PARAMÈTRES D'IMPRESSION**

L'acier utilisé est un acier maraging dont la poudre utilisée est vendue par EOS GmbH sous le nom de Maraging Steel 1 (MS1). Ce fournisseur est également celui de l'imprimante utilisée : une EOS M290. Les pièces sont imprimées à l'aide de la recette EOS MS1\_040\_PerformanceM291 2.00. L'épaisseur des couches associée est de 40  $\mu\text{m}$ . La densité énergétique, le taux de chevauchement et le cheminement laser sont automatiquement déterminés par le logiciel EOSPrint 2.0 à partir de la recette indiquée. Le design des pièces, leur placement sur la plaque d'impression et leur orientation d'impression ne font pas partie de cette étude.

Les pièces sont détachées de la plaque d'impression et les supports sont retirés avant le traitement thermique.

## **2.2 CHOIX DU TRAITEMENT THERMIQUE**

### **2.2.1 Équipements utilisés**

Les équipements utilisés lors des traitements thermiques sont :

- Un four Pyradia F300HP à atmosphère non contrôlée et ayant une température maximale d'utilisation continue de 1100 °C. Le constructeur assure une homogénéité thermique de  $\pm 25$  °F à 1200 - 1600 °F et de  $\pm 20$  °F à 1800 - 2200 °F. Le placement des pièces a donc son importance pour la répétition des traitements thermiques.
- Un module d'acquisition de données SM2000 qui permet l'acquisition, la conversion et l'enregistrement du signal d'un thermocouple toutes les secondes. Sa précision est de 0,1 % ou  $\pm 0,5$  °C.
- Un thermocouple type K OMEGA XCIB-K-2-5-3. Sa plage d'utilisation est 0 – 980 °C. Un tressage en céramique protège son câble afin de permettre la fermeture du four sans bris.

### **2.2.2 Placement des pièces et du thermocouple**

Les pièces sont posées sur une plaque support en acier surélevée par des blocs métalliques. Une seconde plaque est posée sur les pièces. Les plaques permettent d'homogénéiser le refroidissement et d'éviter l'apparition de distorsions dimensionnelles. Les côtés des plaques exposés aux pièces ou au thermocouple sont préalablement sablés. Le thermocouple est placé entre un bloc support et la plaque inférieure. Le montage est exposé dans la figure 6.

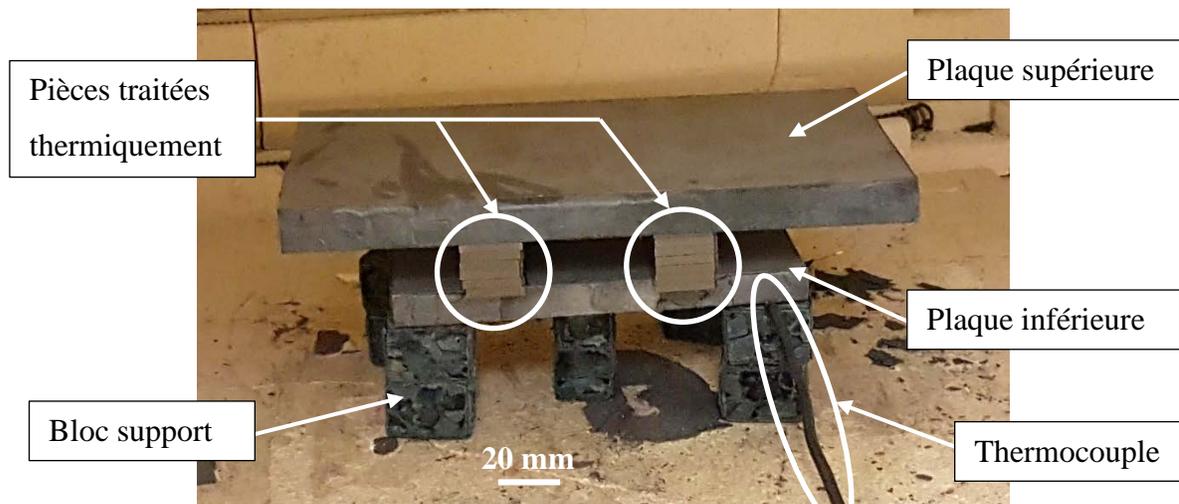


Figure 6. Montage de traitement thermique

### 2.2.3 Protocole de mise en solution solide

La mise en solution solide préconisée par EOS pour le MS1 consiste à faire chauffer la pièce à 940 °C pendant 2 heures avant un refroidissement à l'air. Pour le 1.2709, qui est une gamme supérieure du MS1, le traitement préconisé est de 2 h à 940 °C ( $\pm 10$  °C) sous vide ou sous atmosphère inerte. Le refroidissement est à l'air jusqu'à atteindre 32 °C à une vitesse de 10-60 °C/min. La température doit être prise sur la pièce.

Le protocole choisi est de chauffer la pièce à 940 °C ( $\pm 3$  °C) pendant 2 heures sous atmosphère non contrôlée. Ce niveau de précision a été choisi afin de pouvoir établir une différence entre les résultats de cette étude et les résultats d'une future étude qui utiliserait des températures différentes. En effet, une différence de 10 °C (soit  $\pm 5$  °C) engendre déjà des variations de comportement mécanique non négligeables, notamment lors du durcissement structural. Le four et la pièce n'étant pas toujours à la même température, une surveillance est de mise afin d'asservir la température du four. Le refroidissement qui suit est à l'air pour atteindre 270 °C à une vitesse de 10 °C/min. Ce refroidissement est atteint par une ouverture progressive de la porte du four. La porte est ensuite maintenue entièrement

ouverte jusqu'à atteindre la température ambiante. La température est prise sur la pièce à l'aide du thermocouple. La courbe de température est vérifiée afin de s'assurer du bon déroulement de la mise en solution solide. Avec cette courbe, le temps de chauffe, le temps de refroidissement à 270 °C et les taux de refroidissement minimum / maximum sont déterminés. Ces paramètres permettent de comparer les différentes mises en solution solide effectuées. La courbe de température visée de la mise en solution solide est fournie à travers la figure 7.

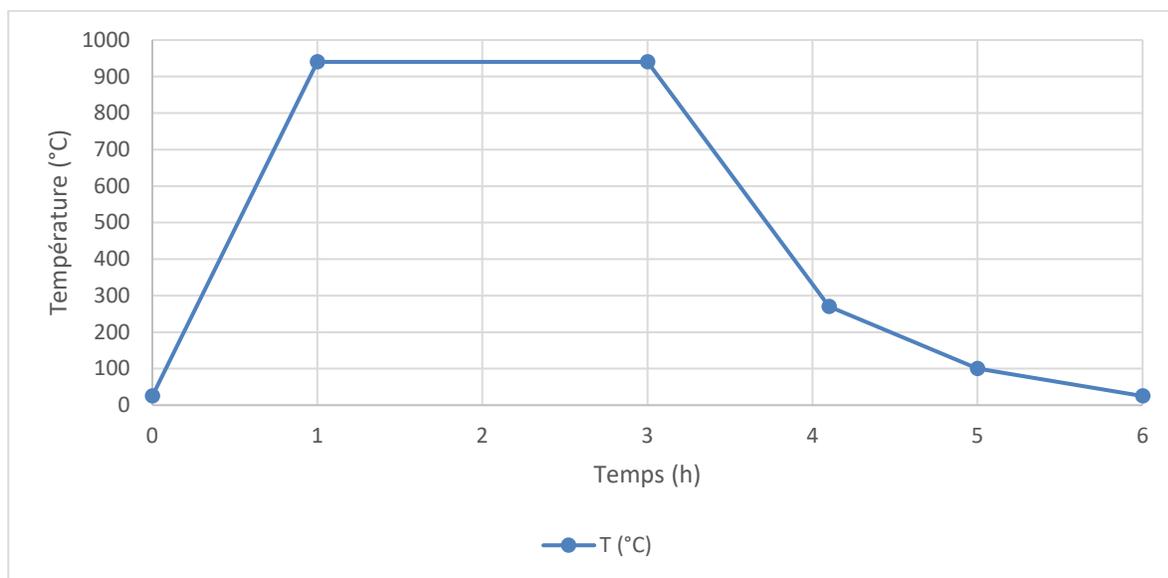


Figure 7. Courbe de température théorique de mise en solution solide

## 2.2.4 Durcissement structural

### 2.2.4.1 Choix de la température et de la durée du durcissement structural

Le vieillissement préconisé par EOS consiste à faire chauffer la pièce à 490 °C pendant 6 heures avant un refroidissement à l'air. Les propriétés mécaniques visées sont listées dans le tableau 5.

Tableau 5

Propriétés mécaniques du MS1 après homogénéisation et vieillissement

Dureté Rockwell C	50-57 HRC
Limite ultime	2 080 MPa
Limite élastique	2 000 MPa
Élongation à rupture	4 %

Source : EOS (2017)

Une dureté de 50 à 57 HRC (514 à 634 HV) est très élevée et ne peut être usinée facilement par un industriel. Afin d'opérer dans une plage plus facilement usinable, la plage de dureté visée sera de 48 à 52 HRC (484 à 545 HV).

Comme expliqué dans la revue de littérature, les propriétés finales du MS1 dépendent du traitement de vieillissement choisi (temps et température de vieillissement). La figure 8 illustre ce phénomène. À chaque température est associée un temps de vieillissement optimal, indiqué par les flèches sur le graphe suivant. Ce temps augmente lorsque la température est moins élevée. De même, une température plus basse permet d'atteindre une plus grande dureté.

La fiche technique EOS de l'acier 1.2709 conseille de choisir un traitement d'une durée comprise entre 3 et 6 heures afin d'assurer la répétabilité et le contrôle du traitement de durcissement structural. Si une pièce est massive, il est recommandé de viser 6 heures de traitement. Cela assure l'homogénéité de la dureté de la pièce.

Le graphe suivant étant en échelle logarithmique, plus la température est basse, plus le palier optimal de vieillissement est temporellement long. Cela fournit un gain de contrôle et de répétabilité pour le vieillissement des pièces. Ainsi, le choix d'une température de 600 °C implique une réduction très rapide des propriétés mécaniques de l'acier.

La courbe 540 °C est être la plus adaptée, car elle perd rapidement en dureté pour atteindre la plage visée et ne se stabilise pas à une dureté très inférieure. La dureté ne faisant

que diminuer ou se stabiliser au cours du temps, il faut chercher la valeur de temps minimale permettant de passer sous les 52 HRC (545 HV). La valeur sélectionnée est de 4 heures.

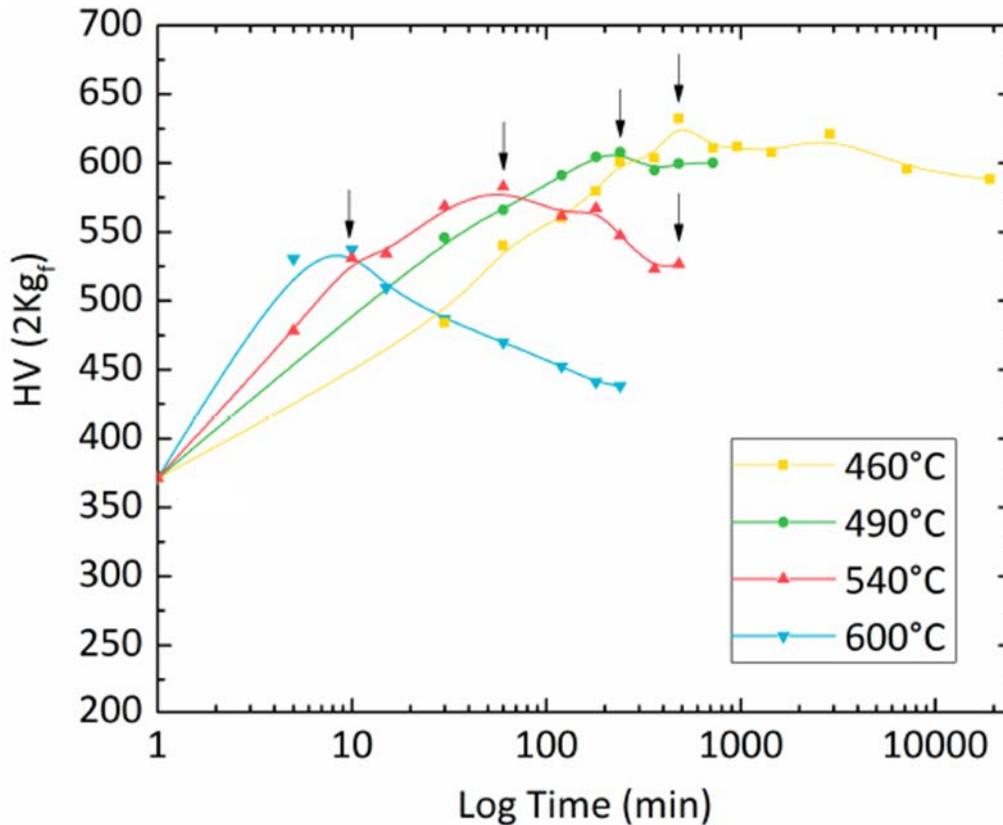


Figure 8. Graphique de l'évolution de la dureté en fonction de la température de vieillissement et du temps. © Casati et al. (2016)

#### 2.2.4.2 Protocole de durcissement structural

Le protocole choisi est de chauffer la pièce à 540 °C ( $\pm 3$  °C) pendant 4 heures sous atmosphère non contrôlée. Ce niveau de précision a été choisi afin de pouvoir établir une différence entre les résultats de cette étude et les résultats d'une future étude qui utiliserait des températures différentes. En effet, une différence de 10 °C (soit  $\pm 5$  °C) engendre déjà des variations de comportement mécanique non négligeables, surtout lors du durcissement

structural. Le four et la pièce n'étant pas toujours à la même température, une surveillance est de mise afin d'asservir la température du four. Le refroidissement qui suit est à l'air pour atteindre la température ambiante par l'ouverture complète de la porte du four. La température est prise sur la pièce à l'aide du thermocouple. La courbe de température est vérifiée afin de s'assurer du bon déroulement du durcissement structural. Avec cette courbe, le temps de chauffe, le temps de refroidissement à 400 °C et les températures extrêmes atteintes chaque heure du traitement sont déterminés. Ces paramètres permettent de comparer les différents durcissements structuraux effectués. La courbe de température visée de la mise en solution solide est fournie à travers la figure 9.

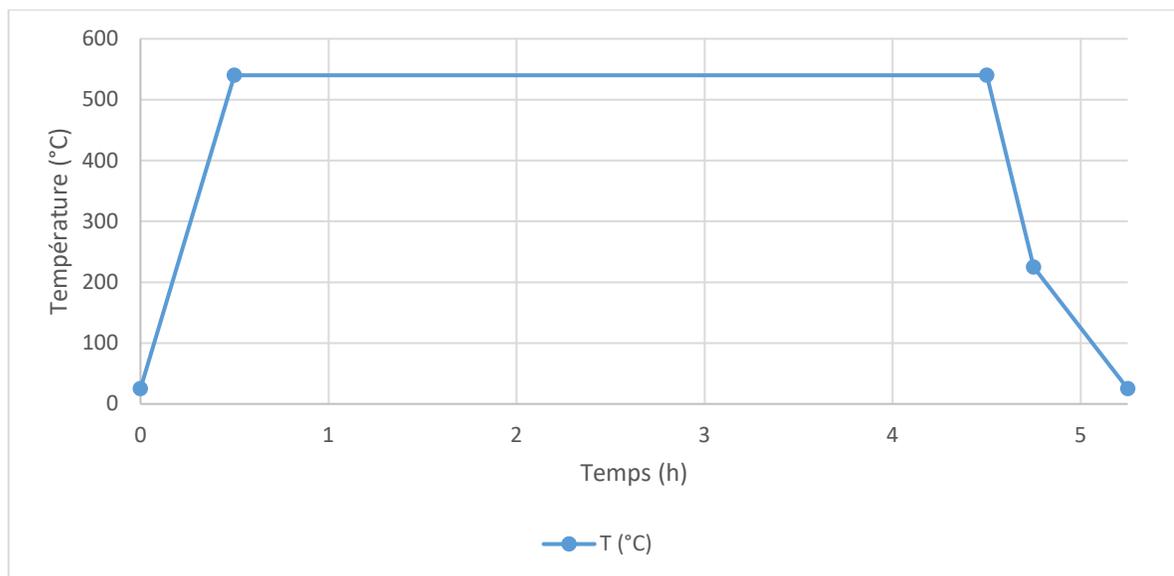


Figure 9. Courbe de température théorique de durcissement structural

## 2.3 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE À L'ISSUE DU TRAITEMENT THERMIQUE

### 2.3.1 Essais de dureté

La dureté est mesurée à l'aide d'un duromètre Wilson Hardness Rockwell 574 sur une surface plane préalablement surfacée ou polie, afin d'éviter tout effet de la texture de surface

(brut d'impression ou calamine) sur les mesures de dureté. L'unité utilisée est le Rockwell C (HRC), ce qui implique l'utilisation d'un pénétrateur diamanté. Les paramètres de mesure suivent la norme ASTM E18. La dureté retenue est la moyenne de six mesures à température ambiante. Avant chaque série de mesures, la machine est vérifiée par une mesure sur un bloc étalon de 44 HRC.

## 2.3.2 Essais de traction

### 2.3.2.1 Modèle et préparation des éprouvettes de traction

Le modèle d'éprouvette utilisée est le plus petit des modèles standards d'éprouvettes de traction rectangulaires proposés dans la « figure 1. *Rectangular Tension Test Specimens* » de la norme ASTM E8/E8M – 13a. Il s'agit du modèle choisi par l'université pour la caractérisation des matériaux issus de fabrication additive métallique. Les critères de choix du modèle sont la facilité d'impression, la facilité de retrait des supports et la quantité de poudre utilisée. Le plan du fichier de CAO envoyé à l'imprimante est fourni dans la figure 10.

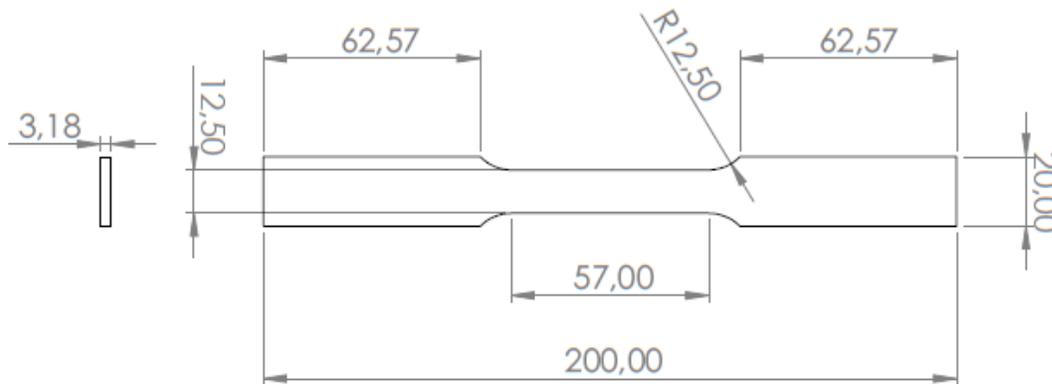


Figure 10. Mise en plan des éprouvettes de traction (dimensions en mm)

Les éprouvettes sont imprimées avec des supports dans les conditions fournies par la figure 11.

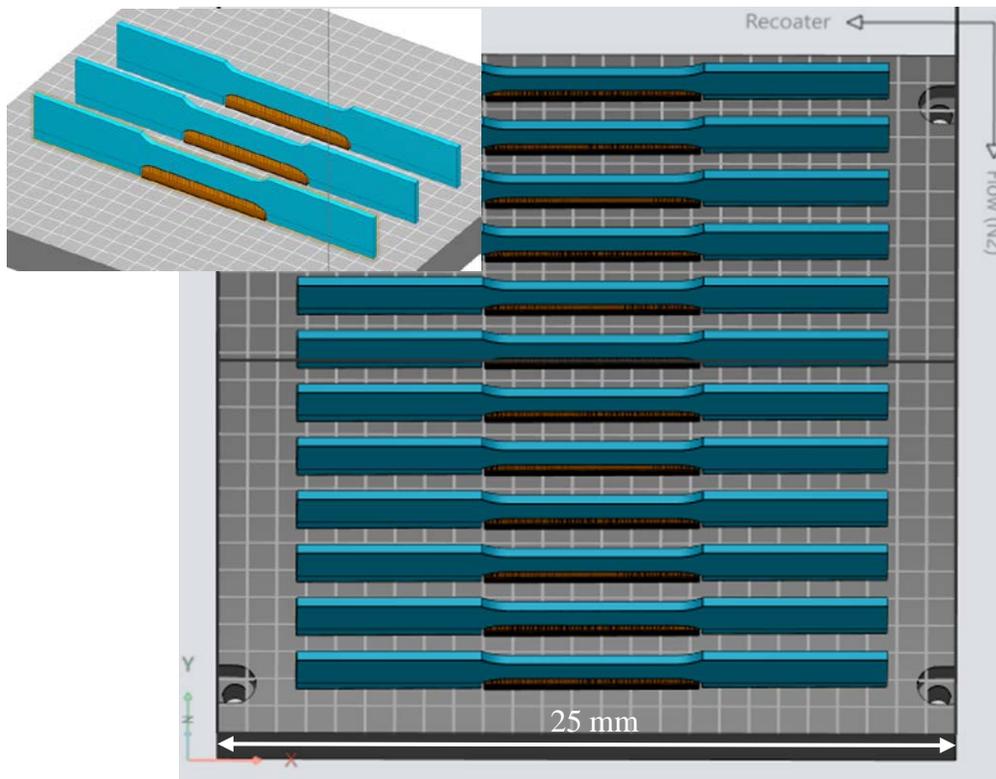


Figure 11. Représentation des supports d'impression (dessus) et de l'impression (dessous) d'éprouvettes de traction

Les éprouvettes sont ensuite séparées de la plaque d'impression puis usinées à la fraiseuse à commande numérique. L'usinage permet le retrait des supports. Les deux côtés de la zone sous tension de l'éprouvette sont usinés afin d'assurer leur parallélisme à la suite du retrait des supports. En effet, la texture de l'état de surface de la face supérieure rend difficile le palpé des points permettant d'assurer le parallélisme lors de l'usinage.

Les éprouvettes sont ensuite traitées thermiquement (mise en solution solide et durcissement structural) selon le protocole établi dans la section 2.2 Choix du traitement thermique.

### 2.3.2.2 Protocole d'essai de traction

Les essais de traction sont effectués sur une machine de traction MTS 810, son contrôleur associé (préalablement préchauffés pendant 30 minutes) et un extensomètre MTS 632.31F-24.

Les essais de traction s'appuient sur la norme ISO 6892-1 : 2016. L'aire initiale de la section transversale est la moyenne de la mesure de trois sections transversales (épaisseur et largeur mesurées au pied à coulisse). L'extensomètre posé sur éprouvette a une longueur initiale de 50 mm (voir figure 12). Lors de l'essai en lui-même, la vitesse d'essai est déterminée à partir de l'intervalle 2 de la méthode A de la norme. Cette vitesse vaut  $v = 0,012 \text{ mm/s}$ . La fréquence d'échantillonnage utilisée lors des essais vaut 20 Hz. La pression exercée par les mors de serrage vaut 2 500 MPa afin d'éviter tout glissement. Les essais sont menés à température ambiante. Six essais sont menés dans la condition homogénéisée vieillie.



Figure 12. Essais de traction avec extensomètre

Le logiciel TW Elite (MTS TestSuite) génère un rapport en fin d'essai contenant la résistance à la traction  $R_m$ , le module d'élasticité  $E$ , le pourcentage d'allongement après rupture  $A$  (déterminé à partir du signal de l'extensomètre) et la courbe de chargement (Newton) par rapport à l'élongation (mm). La limite d'élasticité à 2 %  $R_{p0.2}$  est ensuite déterminée à l'aide du module d'élasticité et des données exportées. La machine a été testée sur une éprouvette connue d'acier 1020.

### 2.3.3 Micrographies

Les échantillons sont découpés à l'aide d'une tronçonneuse AbrasiMatik 300 (Buehler) et d'un disque adapté aux duretés du MS1 sous lubrification. La vitesse d'avance vaut 0,5 mm/s. Ils sont ensuite enrobés dans une résine PHENOCURE (Buehler) dans une enrobeuse SimpliMet 3000 (Buehler). Par la suite, ils sont polis avec une polisseuse EcoMet 250 (Buehler) selon la recette suivante (tableau 7), déterminée à l'aide de Vander Voort, Lucas, et Manilova (2004) et MacKenzie et Totten (2005). Lorsque la microstructure générale doit être observée, un agent de Fry modifié est utilisé. Sa recette est fournie dans le tableau 6. La norme ASTM E407 – 07<sup>e1</sup> précise de préparer ce type de solution 30 minutes avant utilisation et de ne pas l'entreposer. Le microscope utilisé pour effectuer les observations micrographiques est un Nikon Eclipse MA100 accouplé à une caméra connectée à un ordinateur.

Tableau 6

Recette d'attaque chimique pour observation micrographique du MS1

Composant	Quantité	Commentaires
<b>CuCl<sub>2</sub></b>	1 g	Peut être entreposée Utilisation à température ambiante Immersion pendant 50 s Rinçage à l'éthanol puis séchage
<b>HCl</b>	50 mL	
<b>H<sub>2</sub>O</b>	150 mL	
<b>HNO<sub>3</sub></b>	50 mL	

Source : Vander Voort *et al.* (2004)

Tableau 7

## Recette de polissage pour micrographie du MS1

Étape	Surface de polissage	Suspension de polissage	Chargement par spécimen (lb (N))	Vitesse (tr/min) Sens de rotation	Temps (min)
1	Papier abrasif <i>Carbimet P180*</i>	Eau	6 (27)	300 – 60 Même sens	Jusqu'à planéité (90 s)
2	Drap de polissage <i>UltraPad*</i>	Diamantée 9 $\mu\text{m}$ <i>MetaDi Supreme</i> <i>Diamand</i> <i>Suspension 9 <math>\mu\text{m}^*</math></i>	6 (27)	150 – 60 Même sens	5
3	Drap de polissage <i>TexMet C*</i>	Diamantée 3 $\mu\text{m}$ <i>MetaDi Supreme</i> <i>Diamand</i> <i>Suspension 3 <math>\mu\text{m}^*</math></i>	6 (27)	150 – 60 Même sens	5
4	Drap de polissage <i>MicroCloth*</i>	Finale 0,05 $\mu\text{m}$ <i>MasterPrep</i> <i>0,05 <math>\mu\text{m}</math> alumina</i> <i>suspension*</i>	6 (27)	150 – 60 Même sens	3 +20 s de rinçage à l'eau

\*Nom commercial chez Buehler

## 2.4 CHOIX DU PROTOCOLE DE TRAITEMENT CHIMIQUE

### 2.4.1 Choix du type d'éprouvettes

Deux modèles d'éprouvettes de traitement chimique sont utilisés. Ils sont appelés modèle  $\alpha 0^\circ$  et modèle  $\beta 45-135^\circ$ . La mise en plan des éprouvettes est présentée avec la figure 13.

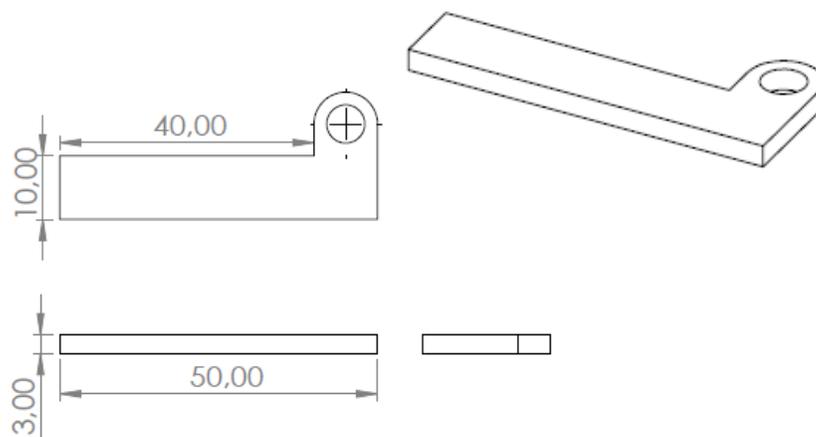


Figure 13. Mise en plan des éprouvettes de traitement chimique (dimensions en mm)

Les éprouvettes sont imprimées avec des supports dans les conditions fournies par la figure 14. Les éprouvettes  $\alpha 0^\circ$  sont imprimées à plat et les éprouvettes  $\beta 45-135^\circ$  sont imprimées à  $45^\circ$ . Ainsi le modèle  $\beta$  permet l'étude des faces supérieure ( $45^\circ$ ) et inférieure ( $135^\circ$ ) de l'éprouvette. La face supérieure est appelée  $\beta 45^\circ$  et la face inférieure  $\beta 135^\circ$ . Les surfaces étudiées à travers les deux modèles sont donc la même surface plane imprimée à  $0^\circ$ , à  $45^\circ$  et à  $135^\circ$ . Ces trois surfaces présentent des états de surface différents en sortie d'impression.

Les éprouvettes sont ensuite séparées de la plaque d'impression puis les supports retirés à la main à l'aide d'une disqueuse et de pinces coupantes.

Les éprouvettes sont ensuite traitées thermiquement (mise en solution solide uniquement) selon le protocole établi dans la section 2.2 Choix du traitement thermique.

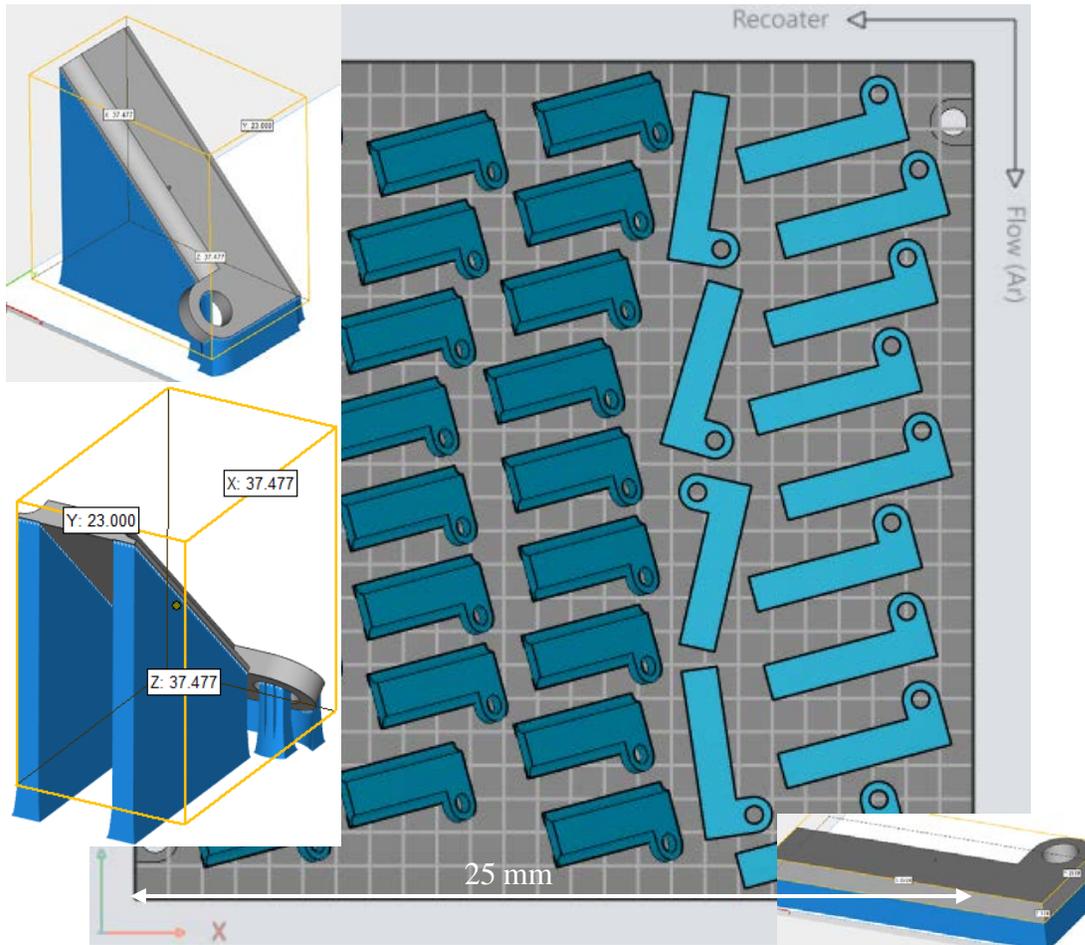


Figure 14. Représentation des supports d'impression et d'une impression d'éprouvettes de traitement chimique (dimensions en mm)

## 2.4.2 Finition par méthode chimique

### 2.4.2.1 Test du bain acide

La première vérification à faire est d'observer si le bain acide affecte la calamine et le métal. Une pièce est donc laissée à tremper dans le bain pendant deux fois douze heures. La dissolution visible de la calamine et le suivi de la masse sont de bons indicateurs quant à cela. Parmi plusieurs bains testés, le bain suivant est celui qui a montré la plus grande rapidité d'action sur la calamine et sur l'acier. Selon son auteur, il est aussi adapté au traitement de grandes surfaces, ce qui permet de minimiser la consommation de produits chimiques.

### 2.4.2.2 Choix d'un bain acide et des paramètres de l'attaque

Le bain choisi est composé de 3 mol/L d'acide chlorhydrique, de 0,05 mol/L d'acide nitrique, de 0,1 mol/L d'acide phosphorique et d'eau distillée (type II). Il est issu des recommandations de Tytgat, Lefevre, et Marechal (1989). Le bain est à température ambiante et n'est pas renouvelé pendant l'attaque. Après dissociation des acides dans l'eau, les oxydes et l'acier vont être dissous progressivement afin d'obtenir une amélioration de l'état de surface des pièces. Un agitateur magnétique et un barreau aimanté assurent l'agitation du bain (75 tr/min). Selon Tytgat *et al.* (1989), un des objectifs de ce bain est le polissage uniforme de surfaces en acier inoxydable difficilement accessibles. Cela est adapté à notre processus de fabrication additive d'acier maraging qui comprend des éléments ayant une tendance à la passivation. Il est conseillé de rester au-dessus du rapport volume du bain / surface à polir valant 1,67 L/dm<sup>2</sup>. Le volume du bain utilisé est de 500 mL soit un rapport de 4,17 L/dm<sup>2</sup> pour une éprouvette et de 1,39 L/dm<sup>2</sup> pour trois éprouvettes. Un test sur trois éprouvettes n'a pas montré de changement dans les propriétés finales (masse et état de surface) obtenues des éprouvettes par rapport à un test sur une unique éprouvette. Le rapport volume du bain / surface de pièce de 1,39 L/dm<sup>2</sup> n'est donc pas problématique. L'incidence majeure de ce ratio est un temps de traitement un peu plus long.

### 2.4.2.3 Protocole d'attaque chimique

L'attaque est effectuée sous une hotte ventilée. Lors d'une période de pause, le bain est couvert afin de minimiser son évaporation. La concentration en acide peut donc varier au cours d'un essai. Cette variation n'est pas prise en compte lors de la caractérisation du traitement chimique. Elle est toutefois à considérer lors des deux traitements chimiques finaux qui se sont montrés bien plus longs. Lors d'un traitement chimique, les éprouvettes sont suspendues dans le bain acide comme le montre la figure 15.

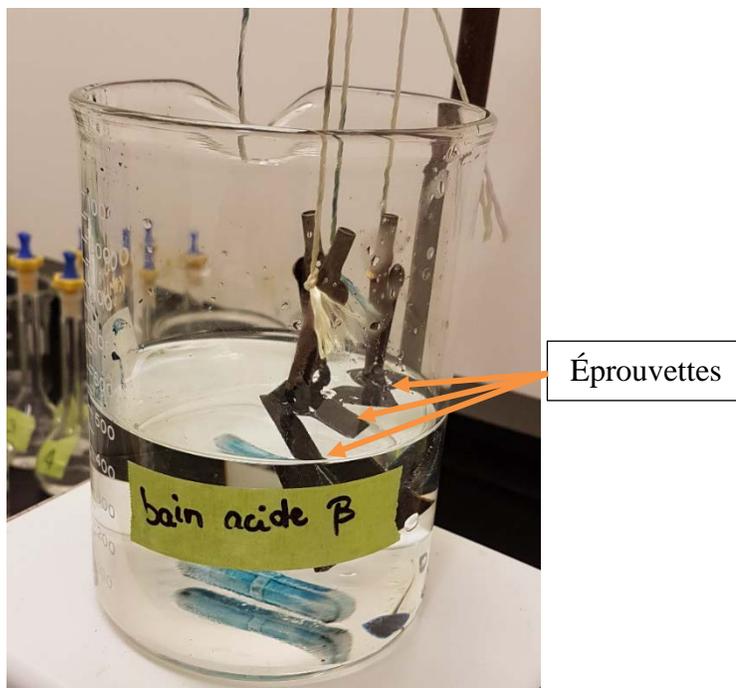


Figure 15. Éprouvettes de traitement chimique en début de traitement

Les paramètres suivis lors de l'attaque sont la masse à l'aide d'une balance MS204S /03 de Mettler Toledo (calibrée et précise à 0,1 mg près) et l'état de surface (par palpeur, macrographie et micrographie). Un suivi aux deux ou trois heures est effectué. Un suivi aux trois heures est effectué lorsqu'une seule éprouvette est étudiée et un suivi aux deux heures est effectué lorsque trois éprouvettes sont étudiées. Le passage du suivi aux deux

heures est utile, car les variations de concentrations en métaux dissous observées avec un suivi aux trois heures sont très importantes. Le suivi aux deux heures permet de mieux contrôler le procédé d'attaque chimique. À chaque suivi, l'éprouvette est rincée à l'eau distillée puis séchée à l'air. Le rinçage est important afin d'assurer le retrait d'un dépôt qui se forme sur la pièce. Au long de l'attaque, la potentielle variation d'acidité du bain est vérifiée à l'aide de papier pH.

#### 2.4.2.4 Inhibiteur de corrosion

Afin de limiter la formation de piqûres de corrosion, un inhibiteur de corrosion est régulièrement ajouté. L'inhibiteur de corrosion recommandé par Tytgat *et al.* (1989) est le ferrocyanure de potassium. Celui-ci a pour objectif de faire précipiter les ions ferreux et ferriques issus de la dissolution de l'acier ou de sa calamine. À chaque suivi, un millilitre de solution est prélevé et est ensuite dilué 25 fois avec de l'eau type I. La solution obtenue est filtrée pour analyse des concentrations en métaux dissous (fer, nickel, cobalt et molybdène). La verrerie utilisée pour l'analyse des métaux dissous est rincée une fois à l'acide puis trois fois à l'eau type I avant utilisation.

Cette analyse est effectuée avec un spectromètre d'absorption atomique par plasma micro-ondes MP-AES 4200 (Agilent Technologies) équipé d'un autoéchantillonneur CETAC ASX-520 (Thermo Fisher Scientific). Le logiciel associé à cet instrument est le logiciel MP Expert. Les paramètres utilisés par l'instrument pour l'analyse se trouvent dans le tableau 8. Afin de garantir l'exactitude et la précision des analyses, le débit du gaz dans la chambre de nébulisation et la position du capteur de détection ont été ajustés automatiquement par l'appareil pour chaque élément, à chaque démarrage du spectromètre. Les longueurs d'onde associées à chacun des éléments sont choisies de manière à minimiser les interférences entre éléments. Six solutions étalons ont été préparées en effectuant des dilutions, dans de l'acide chlorhydrique à 1 %, à partir de solutions standards de Fe, Ni et Co (SCP Science, 1000 mg/L chaque). Pour le Mo, un mélange contenant ce dernier à une

concentration de 50 mg/L a été utilisé (Agilent Technologies). Les concentrations de ces solutions sont fournies dans le tableau 9. Entre chaque mesure, le système est rincé pendant 45 secondes avec une solution d'acide chlorhydrique à 5 %.

Tableau 8  
Conditions d'opération du MP-AES

<b>Paramètre</b>	
Nébuliseur	Concentrique <i>OneNeb</i>
Chambre de pulvérisation	Chambre de nébulisation à double passage
Consommation d'azote (L/min)	0,65-0,85
Temps de lecture (s)	3
Nombre de répliques	3
Temps de rinçage (s)	45
Temps de prélèvement avant stabilisation (s)	40
Temps de stabilisation (s)	15
Vitesse de rotation de la pompe (tr/min)	15
Longueur d'onde du fer (nm)	371,99
Longueur d'onde du nickel (nm)	352,454
Longueur d'onde du cobalt (nm)	340,512
Longueur d'onde du molybdène (nm)	379,825

Tableau 9  
Concentration des six solutions utilisées pour l'étalonnage du MP-AES

<b>Solution</b>	<b>Fe (mg/L)</b>	<b>Ni (mg/L)</b>	<b>Co (mg/L)</b>	<b>Mo (mg/L)</b>
<b>Neutre</b>	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>Standard 1</b>	6,25	3,44	2,19	0,94
<b>Standard 2</b>	12,50	6,88	4,38	1,88
<b>Standard 3</b>	25,00	13,75	8,75	3,75
<b>Standard 4</b>	50,00	27,50	17,50	7,50
<b>Standard 5</b>	100,00	55,00	35,00	15,00

Une fois la concentration en différents éléments connue, du ferrocyanure de potassium trihydraté (inhibiteur de corrosion) est ajouté pour viser 250 mg/L de fer dissous dans le bain acide. La quantité versée dépend de l'équation de précipitation retenue. L'agitation est maintenue et cinq minutes plus tard, un autre prélèvement d'un millilitre est effectué afin de constater l'efficacité de l'inhibiteur de corrosion. Dans notre hypothèse, une mole de ferrocyanure de potassium réagit avec une mole de fer dissous. Tytgat *et al.* (1989) ne fournit pas l'équation de réaction et ne précise pas si le ferrocyanure de potassium réagit avec d'autres éléments que le fer. On suppose que les réactions suivantes se produisent :



La couleur verte de la solution (voir figure 16) indique que les ions  $\text{Fe}^{2+}$  sont majoritaires, mais il est arrivé que la solution soit jaune orangé lors du décapage. Cette couleur jaune orangé est caractéristique des ions  $\text{Fe}^{3+}$ .

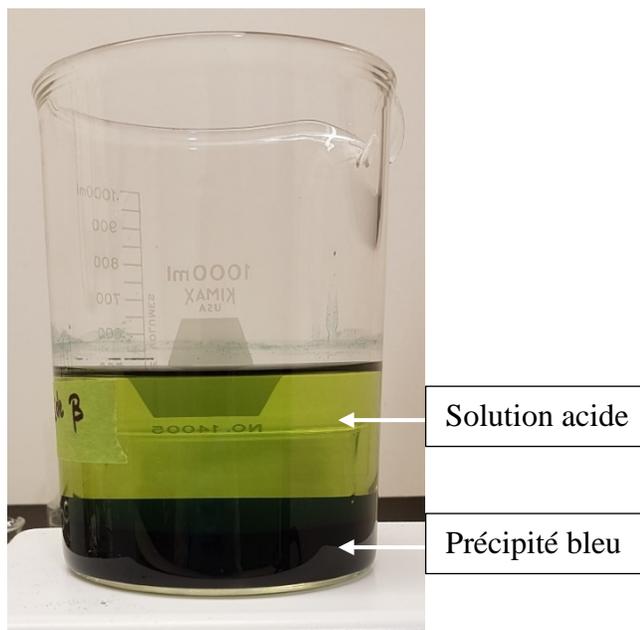


Figure 16. Bain acide usagé (après 24 h de repos)

#### 2.4.2.5 Planification des expériences

Le protocole d'attaque chimique est d'abord utilisé sans inhibiteur de corrosion afin de caractériser le décapage, le polissage et le décapage suivi du polissage sans renouvellement du bain.

L'influence de la concentration en fer dissous sur le décapage et le polissage est ensuite étudiée afin d'établir un intervalle de concentration acceptable pour le traitement chimique. Le protocole d'attaque chimique est alors mis en œuvre avec inhibiteur de corrosion de manière à respecter l'intervalle précédemment déterminé. Cela permet de caractériser le décapage et le décapage suivi du polissage sans renouvellement du bain avec utilisation d'inhibiteur de corrosion. La caractérisation finale est effectuée pour les deux modèles d'éprouvette de traitement chimique.

La conclusion de ces deux études est la mise au point d'un protocole de finition par méthode chimique des éprouvettes de fatigue.

#### 2.4.2.6 Finition par méthode chimique des éprouvettes de fatigue

L'attaque est effectuée sous une hotte ventilée. Lors d'une période de pause, le bain est couvert afin de minimiser son évaporation. Aux deux heures, les éprouvettes sont rincées à l'eau distillée. Le rinçage à cette fréquence est important afin d'assurer le retrait d'un dépôt qui se forme sur la pièce.

Les éprouvettes sont individuellement emballées dans du téflon afin de traiter chimiquement uniquement la surface désirée (surface centrale entaillée des modèles U et V). Cet emballage est illustré avec la figure 17. L'emballage est individuel afin d'éviter la formation de corrosion galvanique.



Figure 17. Emballage en téflon des éprouvettes de fatigue

L'ensemble des 25 éprouvettes de fatigue de modèle U est traité simultanément dans le même bain. Il en est de même pour les 30 éprouvettes de modèle V. Le montage d'attaque est disponible à travers la figure 18.

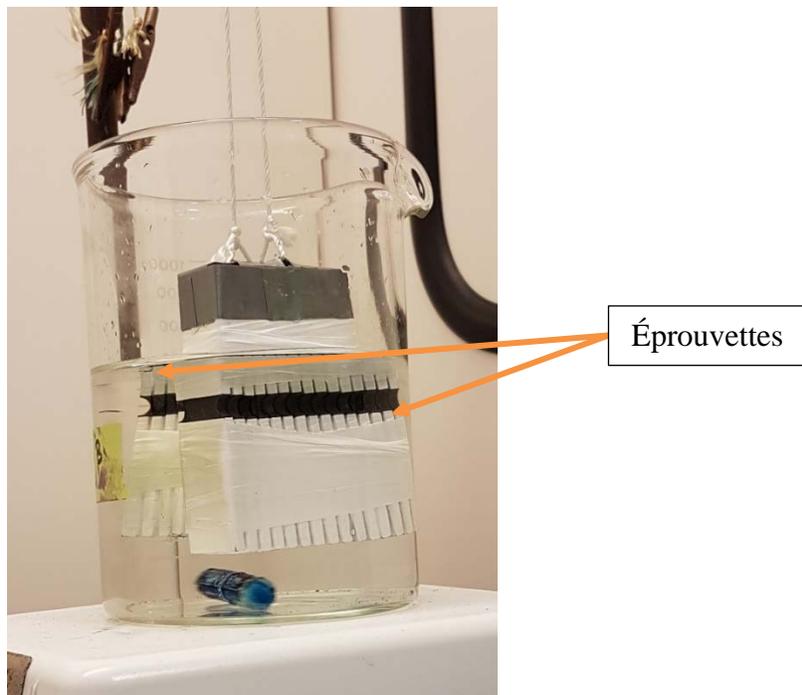


Figure 18. Montage de traitement chimique des éprouvettes de fatigue

Le volume du bain reste à 500 mL pour le traitement des éprouvettes entaillées. En effet, l'interstice entre deux éprouvettes est considéré comme humidifié, mais non attaqué, car peu propice à un mouvement d'acide. Or sans convection, le bain acide est très peu efficace. La surface attaquée est alors de l'ordre de grandeur de la surface de trois éprouvettes de traitement chimique.

Lors des suivis aux deux heures, l'ajout d'inhibiteur de corrosion est effectué de manière à viser 250 mg/L de fer dissous.

Les critères d'arrêt du traitement chimique sont :

- 1) Faible présence de calamine (observation visuelle)
- 2) Quantité d'ions métalliques dissous en deux heures peu importante

Une mesure au MP-AES de la concentration en fer dissous est effectuée chaque heure lorsque la fin du traitement semble approcher. Elle permet de jauger les variations de concentration liées à l'inhibiteur de corrosion. En effet, une mesure effectuée juste après l'ajout d'inhibiteur peut prendre en compte le fer dissous en provenance des pièces traitées et le fer en provenance de l'inhibiteur, qui est dissous, mais n'a pas encore entièrement précipité.

- 3) En cas de doute final, une mesure de masse est effectuée (après avoir retiré le téflon). La perte de masse globale doit valoir environ 0,3 gramme (déterminé en fonction des essais précédents : ratio de masse par rapport à la surface). Si l'étape est réitérée, la variation de masse doit être très faible par rapport aux variations anciennement mesurées.

## 2.5 CARACTÉRISATION SURFACIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE

### 2.5.1 Mesure d'état de surface

L'appareil utilisé pour la mesure d'état de surface est un appareil à palpeur Mitutoyo SV-C3100H4 de capteur d'état de surface S-3000. Le bras (modèle ABH-71) et le palpeur (modèle SPH-71) utilisés sont standards et suivent les recommandations indiquées dans la norme ISO 3274 : 1998. La valeur nominale de la force de mesure statique dans la position moyenne du capteur est 0,004 N. L'appareil est situé dans une pièce à atmosphère contrôlée.

La norme ISO 4287 : 1998 définit les paramètres d'état de surface étudiés. Ils sont l'écart moyen du profil arithmétique du profil évalué  $R_a$ , la hauteur maximale de saillie du profil  $R_p$  et la profondeur maximale de creux du profil  $R_v$ . Par ailleurs, étant donné que la surface d'une pièce issue de fabrication additive ne possède pas les mêmes paramètres d'impression que sa partie interne, il est conseillé par Nutal (2019) de prendre en compte le paramètre  $R_v$ . Ce paramètre aide à déterminer lorsque la partie dense de la pièce est atteinte lors du traitement chimique. En effet, la couche externe présente plus de porosités que la partie interne de la pièce. Tant que la partie interne n'est pas atteinte, la présence de porosités va augmenter le paramètre  $R_v$ . Le paramètre  $R_p$  va quant à lui permettre d'aider à la quantification de l'efficacité du polissage, en indiquant la hauteur maximale de pic permise par le polissage. La longueur d'évaluation utilisée contient 5 longueurs de base. Les mesures sont effectuées selon les recommandations de la norme ISO 4288 : 1998 pour une surface non périodique. Les relations entre longueur d'onde de coupure de rugosité, rayon de pointe, rapport des longueurs de coupure et intervalle maximal d'échantillonnage sont issues de la norme ISO 3274 : 1998.

L'appareil Mitutoyo a été calibré selon les normes ISO 12179 : 2000 et ISO 5436-1 : 2000 à l'aide d'un étalon de rugosité de type D1 – profil unidirectionnel irrégulier certifié (série 178-602,  $R_a$  de 2,94  $\mu\text{m}$ ). L'incertitude élargie  $U$  a été calculée sur

ce même étalon à partir de la même norme (analyse de variance complète) avec un facteur d'élargissement valant 2. Les résultats obtenus sont dans le tableau 10.

Tableau 10  
Caractéristiques mesurées à l'issue de l'étalonnage du palpeur

Valeur moyenne	2,934 $\mu\text{m}$
Incertitude élargie	0,019 $\mu\text{m}$
Écart-type de la moyenne	0,010 $\mu\text{m}$

Les mesures d'état de surface sont effectuées selon des positions spécifiques et dans un ordre précis, comme le montrent les figures 19 et 20.

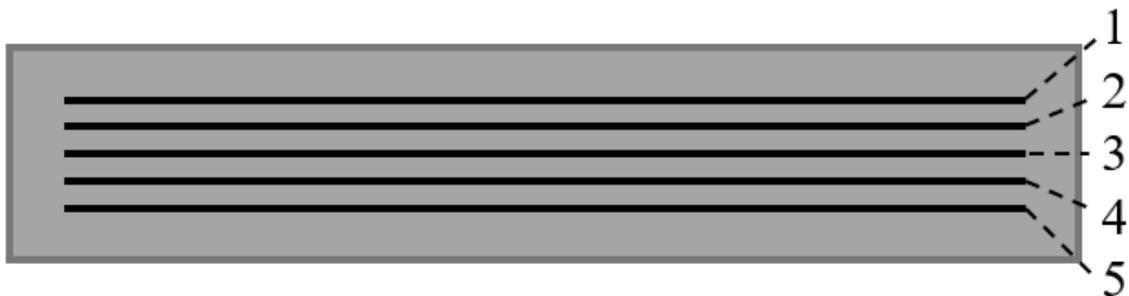


Figure 19. Position et numérotation des mesures d'état de surface sur les éprouvettes (rugosité arithmétique moyenne supérieure à 10  $\mu\text{m}$ )

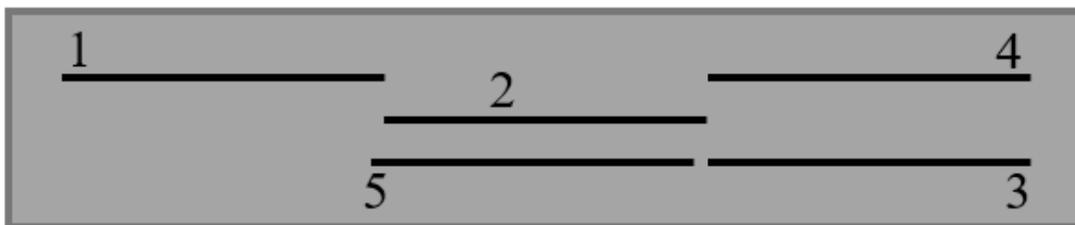


Figure 20. Position et numérotation des mesures d'état de surface sur les éprouvettes (rugosité arithmétique moyenne inférieure à 10  $\mu\text{m}$ )

## **2.5.2 Observation macroscopique, microscopique et à balayage électronique**

Afin de caractériser la surface avant, pendant et après le traitement chimique, des macrographies sont effectuées à l'aide d'un appareil photo et d'un stéréo microscope muni d'une caméra Clemex. Il en est de même pour les micrographies qui sont effectuées selon le protocole développé en 2.3.3 Micrographies. Les micrographies effectuées sont des vues en coupe des échantillons afin d'observer l'élimination de la calamine et la corrosion par le bain acide.

Quelques échantillons ont été gracieusement analysés par le Centre des Technologies de l'Aluminium du Conseil National de Recherches Canada (CTA-CNRC). Des études plus approfondies ont donc été menées sur des échantillons traités chimiquement sans inhibiteur de corrosion, à l'aide d'images par microscope Keyence (Keyence Digital Microscope VHX-7000) et par microscope électronique à balayage avec analyse chimique par sélection d'énergie (MEB-EDS) (MEB : Hitachi SU-70 et EDS : Detector Oxford X-Max).

## **2.6 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE**

### **2.6.1 Modèle d'éprouvette et préparation**

#### **2.6.1.1 Choix du type d'éprouvette**

Deux modèles d'éprouvettes inspirés du modèle « type T mini » de la norme européenne EN 6072 : 2012 sont étudiés. Le plan du modèle U est fourni dans la figure 21. Pour ce modèle, l'arrondi inférieur ne peut pas être obtenu lors de l'impression. Il est donc usiné en post-traitement. Le plan du modèle V est fourni dans la figure 22. La zone de serrage par les mors, prévue pour les deux modèles, fait 20 mm par 20 mm.

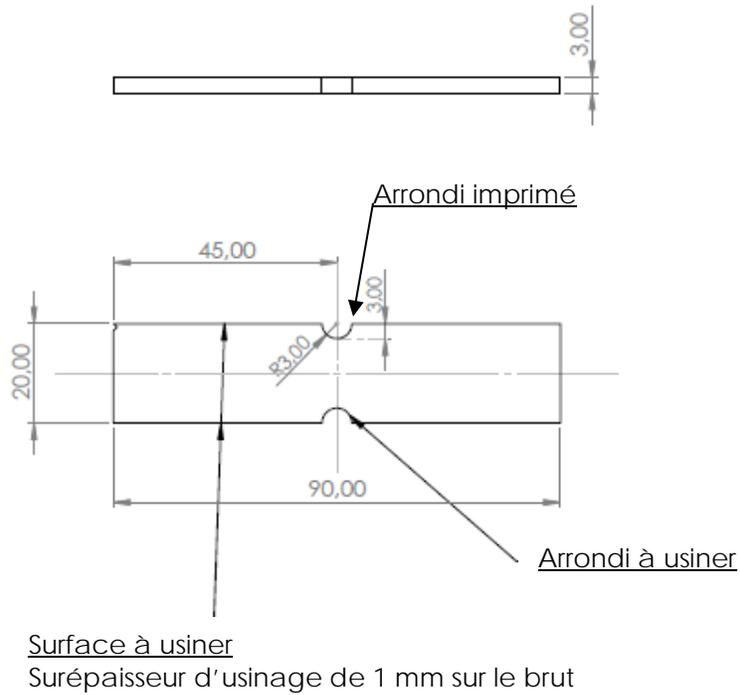


Figure 21. Mise en plan du modèle U d'éprouvette de fatigue (dimensions en mm)

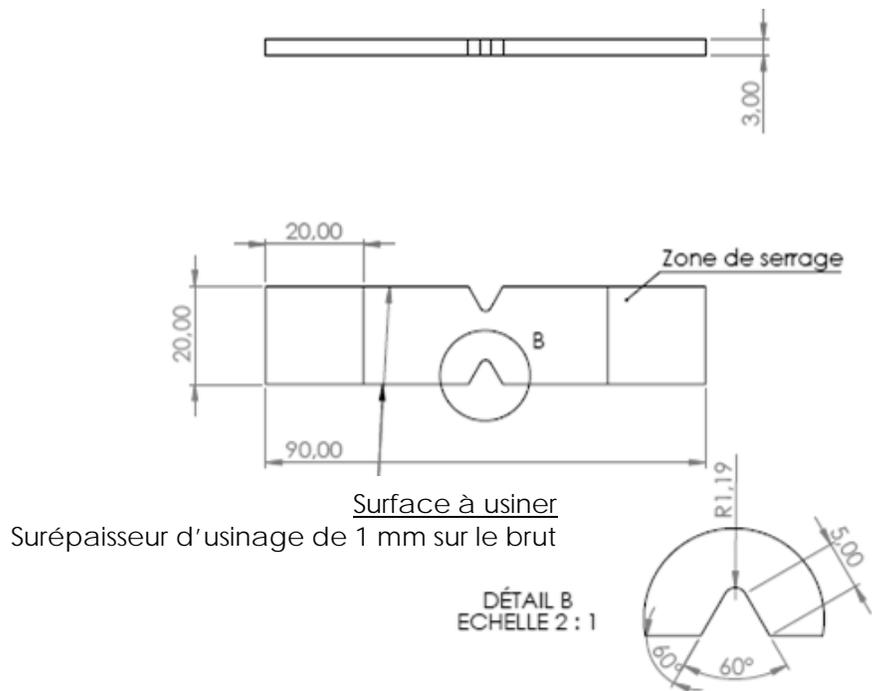


Figure 22. Mise en plan du modèle V d'éprouvette de fatigue (dimensions en mm)

Selon Diegel, Nordin, et Motte (2019), un canal de refroidissement conforme standard est circulaire, sous réserve de ne pas dépasser 8 mm de diamètre, ou elliptique (voir figure 23). Cela permet d'améliorer l'état de surface obtenu sans supports. Pour les modèles U et V, les entailles représentent des formes de canal de refroidissement pouvant être obtenues avec le procédé de fabrication additive métallique.

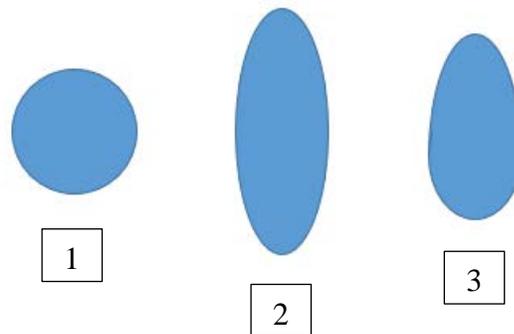


Figure 23. Exemple de formes de canal de refroidissement

#### 2.6.1.2 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes sont imprimées en trois impressions avec des supports dans les conditions fournies par les figures 24 et 25. La troisième impression comporte 20 éprouvettes de modèle U et 20 éprouvettes de modèle V également dispersées sur la plaque d'impression. 60 éprouvettes du modèle V ont été obtenues quand seulement 50 éprouvettes du modèle U l'ont été à la suite d'une erreur d'usinage.

Les entailles supérieures et inférieures permettent d'illustrer un large panel d'état de surface. Une entaille supérieure a un meilleur état de surface qu'une entaille inférieure. L'entaille usinée a un meilleur fini de surface qu'une entaille supérieure.

Les éprouvettes sont ensuite séparées de la plaque d'impression puis usinées à la fraiseuse à commande numérique. L'usinage permet le retrait des supports. Les deux côtés de la zone sous tension de l'éprouvette sont usinés afin d'assurer une largeur d'éprouvette

constante de 20 mm. L'arrondi inférieur du modèle U est usiné, car sa forme ne lui permet pas d'être imprimé sans supports. En effet, sans support, un effondrement de la poudre se produirait lors de l'impression.

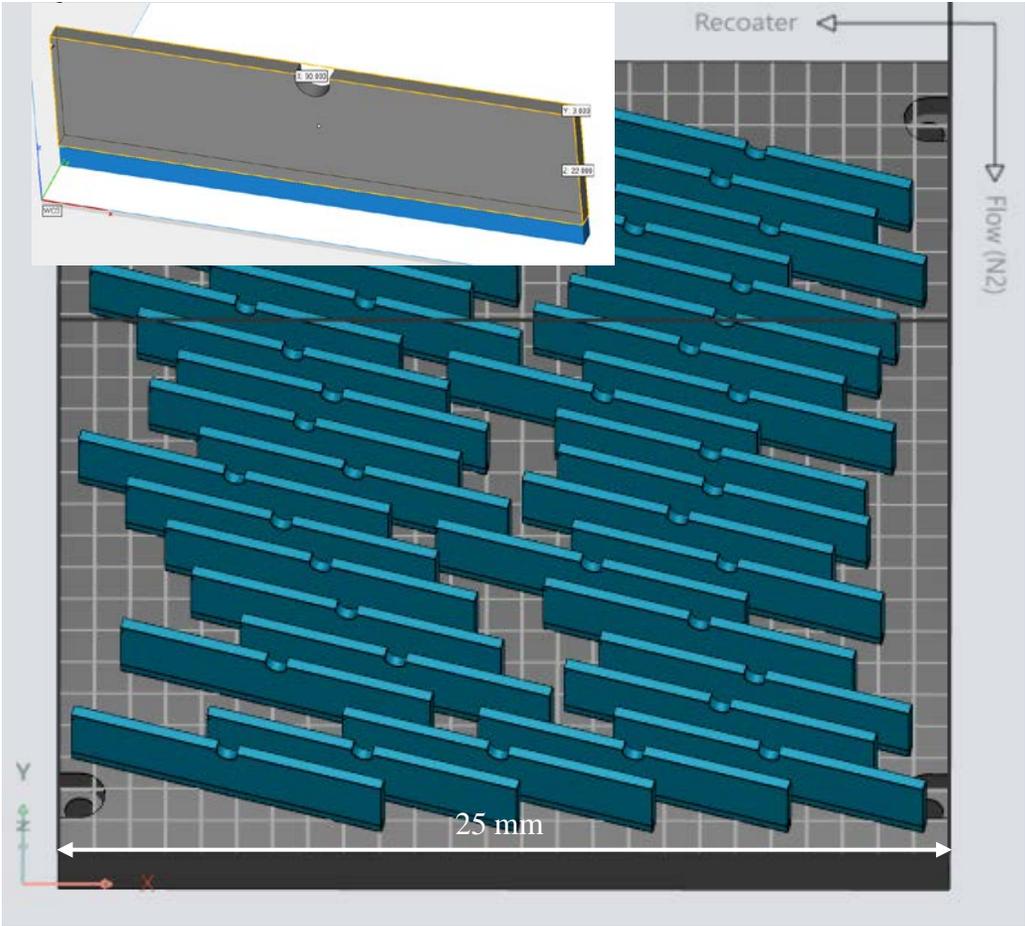


Figure 24. Représentation des supports d'impression (gauche) et de l'impression (droite) d'éprouvettes de fatigue (modèle U)

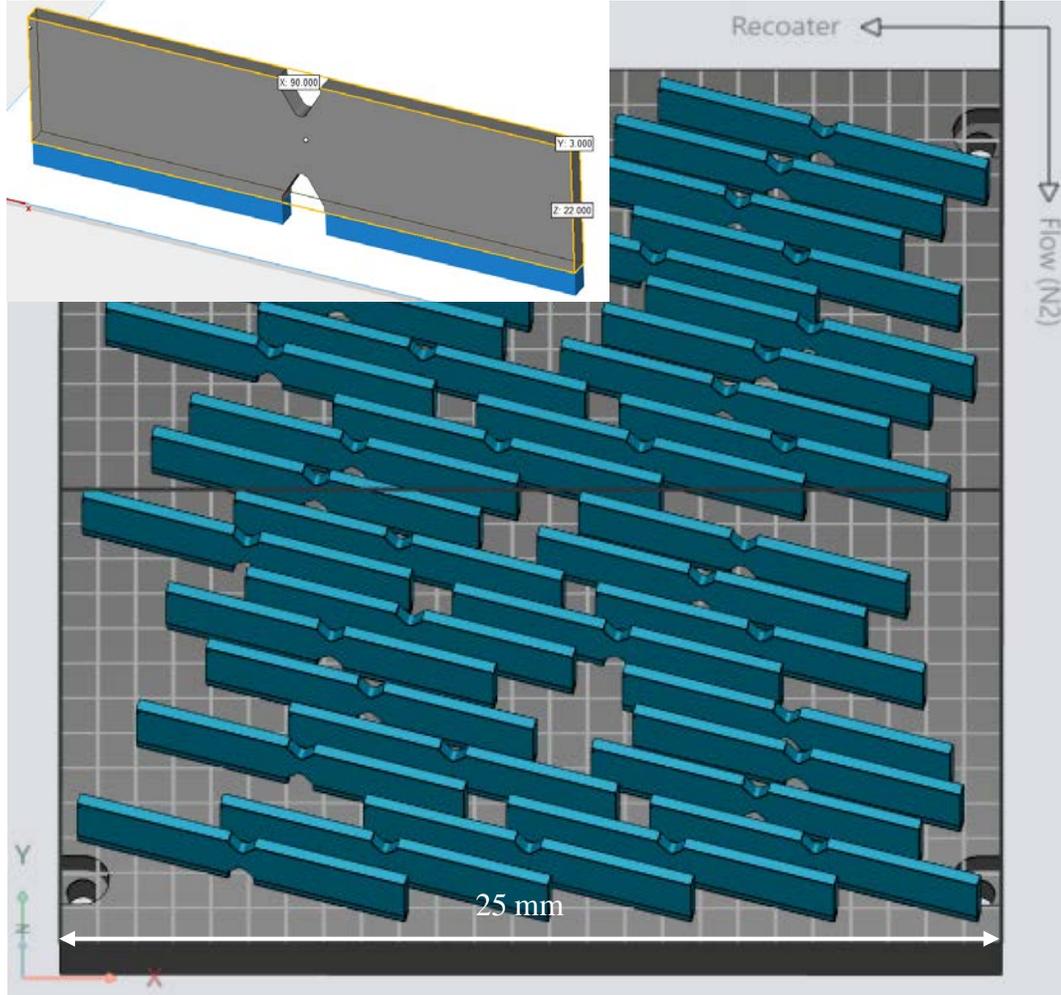


Figure 25. Représentation des supports d'impression (gauche) et de l'impression (droite) d'éprouvettes de fatigue (modèle V)

Les éprouvettes sont ensuite traitées thermiquement (mise en solution solide puis durcissement structural) selon le protocole établi dans la section 2.2 « Choix du traitement thermique ». Les éprouvettes traitées chimiquement le sont entre la mise en solution solide et le durcissement structural. Cela permet d'avoir la plus petite susceptibilité à la fragilisation par l'hydrogène lors du traitement chimique (Kwon *et al.*, 2019; Rezek *et al.*, 1997; Santos *et al.*, 2015). Cela permet aussi de minimiser la vitesse de corrosion de l'acier face au bain acide (Srinivasan *et al.*, 1994).

Le traitement chimique effectué est commun à toutes les éprouvettes du modèle U, afin de diminuer les variations. Il en est de même pour le modèle V. Quatre mises en solution solide et quatre durcissements structuraux sont effectués pour chaque modèle, avec une randomisation. Cette randomisation est disponible dans l'ANNEXE I. Un suivi de la masse et des dimensions des éprouvettes est effectué tout du long du cycle de vie des éprouvettes (disponible dans l'ANNEXE II). La masse est suivie avec une balance MS204S /03 (Mettler Toledo) calibrée et précise à 0,1 mg près. Les dimensions sont mesurées avec un micromètre d'extérieur à disques Mitutoyo (précis à 0,01 mm) et un comparateur optique Mitutoyo (PH-3500) muni d'une lentille de grossissement 20 (précis à 0,001 mm près).

### **2.6.2 Protocole d'essais de traction**

Les essais de traction sont effectués sur une machine de traction MTS 809 et son contrôleur associé, préalablement préchauffés pendant 30 minutes.

Les essais de traction s'appuient sur la norme ISO 6892-1 : 2016. L'aire initiale retenue de la section transversale est l'aire transversale de l'éprouvette en fond d'entaille dans son état tel qu'imprimé lorsque celle-ci n'est pas traitée chimiquement et l'aire dans son état traité chimiquement si celle-ci l'est. Notons que les essais s'appuient seulement sur la norme et ne la suivent pas : l'objectif est la détermination de la résistance à la traction et l'observation de la courbe d'allongement face à la charge appliquée. On ne peut pas mesurer les propriétés intrinsèques du matériau étant donné que la section n'est pas uniforme.

L'alignement de la force appliquée et des éprouvettes est réglé sur chacun des mors à l'aide d'un dispositif de blocage illustré par la figure 26. Une origine machine fixée assure que la distance entre les mors vaut toujours initialement 50 mm. Lors de l'essai en lui-même, la vitesse d'essai est déterminée à partir de l'intervalle 2 de la méthode A de la norme. Cette vitesse vaut  $v = 0,012 \text{ mm/s}$ . La fréquence d'échantillonnage utilisée lors des essais est de 20 Hz. La pression exercée par les mors de serrage vaut 2 500 MPa afin d'éviter tout

glissement. Les essais sont menés à température ambiante. Pour les deux modèles d'éprouvettes, six essais sont menés dans la condition homogénéisée – non traitée chimiquement – durcie et six autres dans la condition homogénéisée – traitée chimiquement – durcie.

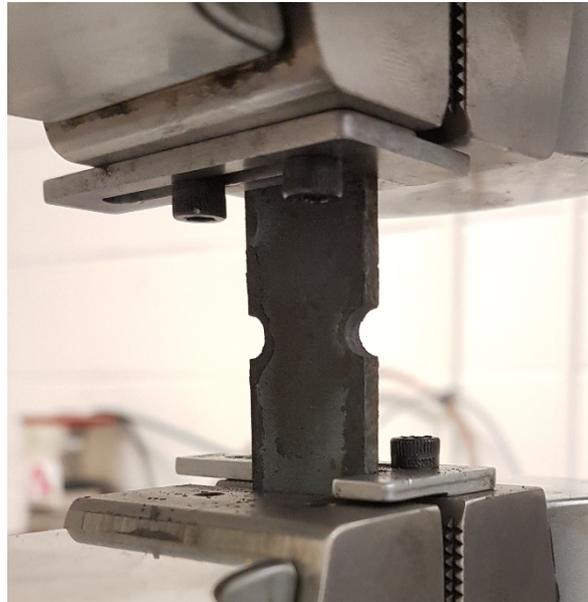


Figure 26. Dispositif de blocage pour l'alignement des éprouvettes

Le logiciel TW Elite (MTS TestSuite) génère un rapport en fin d'essai contenant la résistance à la traction  $R_m$  et le pourcentage d'allongement après rupture  $A$  (déterminé à partir du signal du vérin hydraulique). La résistance à la traction et l'allongement à rupture permettent de comparer les effets des différents traitements thermiques et de détecter une éventuelle fragilisation par l'hydrogène. Les informations fournies par la machine de traction ont été vérifiées à l'aide d'un test sur une éprouvette connue d'acier 1020.

### 2.6.3 Protocole d'essais de fatigue

#### 2.6.3.1 Paramètres d'essais

L'alignement de la force appliquée et des éprouvettes est réglé sur chacun des mors à l'aide du même dispositif de blocage que précédemment (figure 26). Les essais sont menés à une fréquence de 30 Hz à température ambiante après un temps de chauffe de la machine de 30 minutes. Le chargement est un chargement sinusoïdal à contraintes décalées de rapport de contrainte  $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} = 0,1$ . La durée de vie infinie d'une éprouvette est considérée comme atteinte à deux millions de cycles. Le critère d'arrêt utilisé est une rupture totale de l'éprouvette. L'aire transversale retenue est la même que pour les essais de traction.

#### 2.6.3.2 Protocole d'essai

Le tracé de la courbe de fatigue s'appuie sur la norme ISO 12107 : 2003. Les zones étudiées sont les zones d'endurance limitées et illimitées. Huit éprouvettes sont utilisées pour déterminer la pente de la zone d'endurance limitée. Deux éprouvettes sont initialement utilisées pour déterminer les quatre niveaux de contraintes étudiés. Les résultats obtenus sur deux éprouvettes permettent d'obtenir des valeurs avec une probabilité de rupture de 50 % et un intervalle de confiance de 75 % (JSME S002-1981). La zone d'endurance illimitée est déterminée avec la méthode de l'escalier décrite dans la norme. Sept éprouvettes sont utilisées dans cette partie. Le pas de l'escalier (sur la charge maximale) vaut 125 N pour le modèle U non traité chimiquement, 100 N pour le modèle U traité chimiquement, 12,5 N pour le modèle V non traité chimiquement et 12,5 N pour le modèle V traité chimiquement. Ce pas dépend de la capacité à trouver une force proche de la valeur d'endurance illimitée en fonction du nombre d'éprouvettes disponibles. Il a été minimisé lors des essais tout en s'assurant de ne pas manquer d'éprouvettes dans la méthode de l'escalier. Une telle différence de pas entre les modèles U et V provient du nombre initial d'éprouvettes disponibles : 50 pour le modèle U et 60 pour le modèle V. Le nombre d'éprouvettes modèle U n'était pas suffisant pour converger vers un pas plus faible.

Une condition d'arrêt sur l'élongation de l'éprouvette permet d'arrêter le test peu de cycles avant la rupture brutale et donc de filmer la rupture. La fréquence d'essai est alors passée à 10 Hz afin d'améliorer la qualité des images issues de la vidéo. Les conditions d'arrêt (illustrées par la figure 27) sont une sensibilité de 0,002 mm et une tolérance de 0,02 mm. La sensibilité est le déplacement minimal considéré pour passer d'un pic à une vallée et inversement. Les bandes de tolérances sont centrées par rapport aux valeurs des positions du pic et de la vallée à 15 000 cycles. Ainsi, la fissuration est détectée lorsqu'un pic augmente ou une vallée diminue de 0,02 mm, par rapport aux valeurs retenues lors du 15 000<sup>e</sup> cycle.

À la fin de chaque essai, le logiciel Multipurpose Elite (MTS TestSuite) indique le nombre de cycles comptés. Il extrait également les données de force et de position des pics et vallées des 1 000 premiers et derniers cycles ainsi que tous les 10 cycles pendant le reste de l'essai.

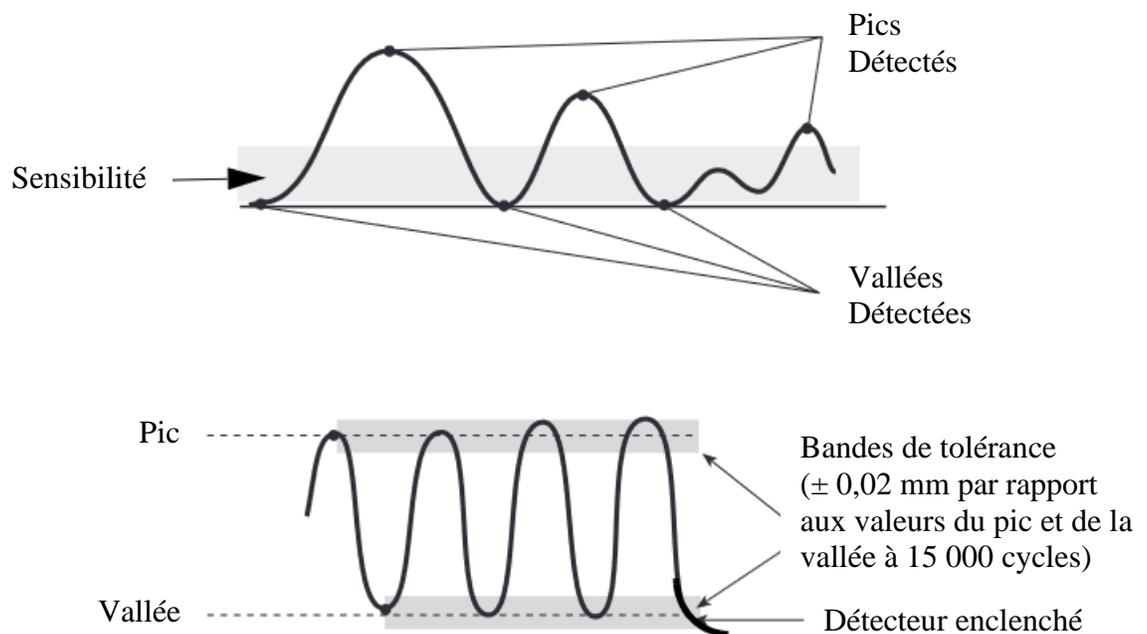


Figure 27. Conditions d'arrêt : tolérance et sensibilité. Traduit du manuel MTS MultiPurpose TestWare Modèle 793.10.

### 2.6.3.3 Analyse des résultats

Les résultats obtenus sont analysés avec la méthode de la norme ISO 12107 : 2003. La condition de validité calculée est complétée par la norme A 03-405, qui utilise le même modèle mathématique. Dans le domaine d'endurance limitée, les droites moyennes et les courbes de conception à moins trois écarts-types sont tracées. Un test de précision sur la relation linéaire est effectué (loi de Snedecor à 95 % de confiance). Le côté de l'éprouvette ayant amorcé la première fissuration est systématiquement déterminé.

## 2.7 ÉTUDE EXPLORATOIRE ÉLECTROCHIMIQUE

Ici, l'objectif est de caractériser le comportement électrochimique de l'acier maraging. Ceci afin de mieux comprendre les mécanismes mis en œuvre lors de la finition par méthode chimique, c'est-à-dire lors du décapage et lors du polissage, et de déterminer si la voltampérométrie linéaire est une technique fiable pour l'amélioration de la recette de polissage chimique préalablement établie.

### 2.7.1 Objectifs spécifiques

Les objectifs spécifiques de cette courte étude sont :

- 1) Étude de la vitesse d'attaque du bain acide en présence de calamine sur deux états de surface différents
- 2) Comparaison des vitesses d'attaque du polissage sans inhibiteur de corrosion et en présence d'inhibiteur de corrosion pour deux états de surface différents
- 3) Étude de la vitesse d'attaque du bain acide lors du polissage en présence de piqûres de corrosion

- 4) Comparaison des résultats obtenus avec les observations expérimentales lors des traitements chimiques précédents

## 2.7.2 Méthodologie

### 2.7.2.1 Appareillage utilisé

Les appareils utilisés sont un potentiostat ModuLab Solartron Analytical et une cellule électrochimique présentant  $1 \text{ cm}^2$  d'échantillon à l'électrolyte utilisé. L'électrode de référence est une électrode au calomel à 3,5 M dont le potentiel d'équilibre a été vérifié avant d'effectuer les mesures. L'électrode de travail est la surface de l'échantillon présentée et la contre-électrode est une grille de platine, intégrée dans la cellule électrochimique. Le montage est illustré à travers la figure 28.

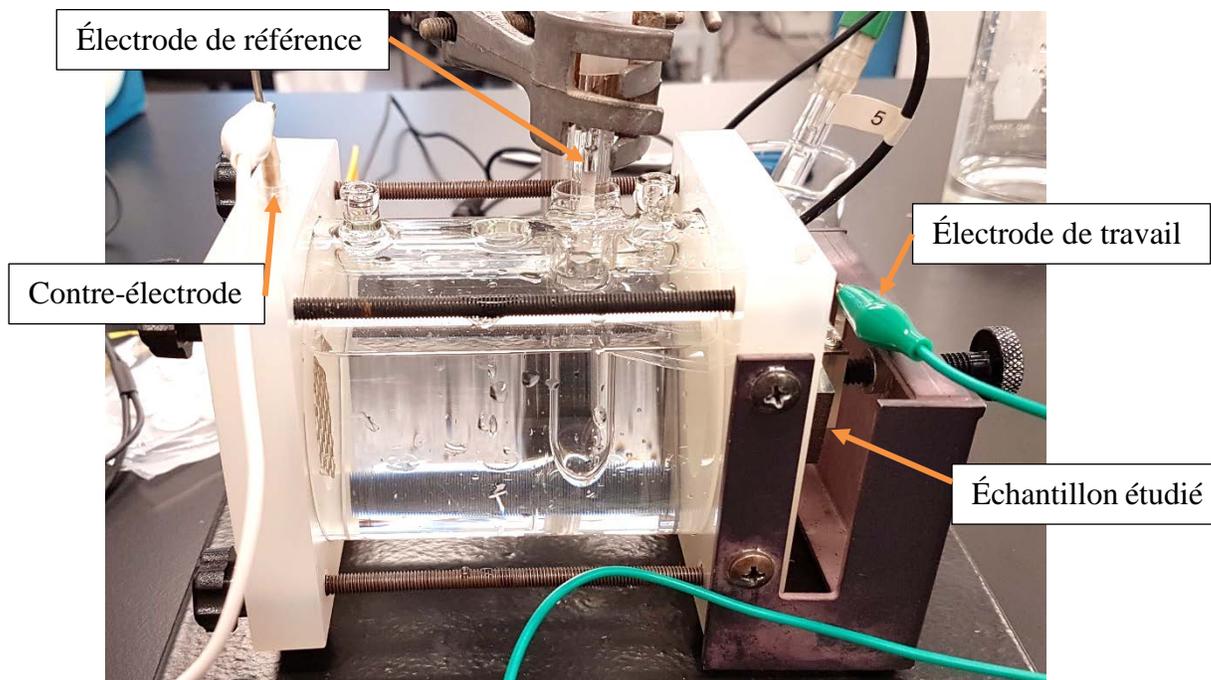


Figure 28. Montage de la cellule électrochimique

### 2.7.2.2 Protocole d'étude

L'étude consiste à tracer la courbe de voltampérométrie linéaire pour une plage de  $-0,250$  V à  $+1\,000$  V par rapport au potentiel en circuit ouvert mesuré après 10 minutes. La plage est parcourue à une vitesse de  $1$  mV/s. Toutefois, une différence entre le potentiel en circuit ouvert mesuré et celui déterminé à partir de la voltampérométrie linéaire montre que la surface est affectée lors de la réaction cathodique.

La courbe est donc tracée en deux parties, d'abord de  $-0,030$  V à  $+1\,000$  V par rapport au potentiel en circuit ouvert mesuré après 10 minutes, puis de  $0,000$  V à  $-0,250$  V par rapport au potentiel en circuit ouvert. La réaction anodique permet de déterminer la résistance à la polarisation  $R_p$ , en calculant la pente du potentiel autour du courant nul, comme illustré par la figure 29. L'utilisation d'un polynôme de degré 6 a été jugée suffisante afin d'avoir une courbe ajustée sur les points après discussion avec le CTA-CNRC.  $R_p$  est déterminée avec les cinq premiers points à potentiel positif et les cinq premiers à potentiel négatif, pour une région d'étude valant environ  $\pm 25$  mV par rapport au potentiel à courant nul.

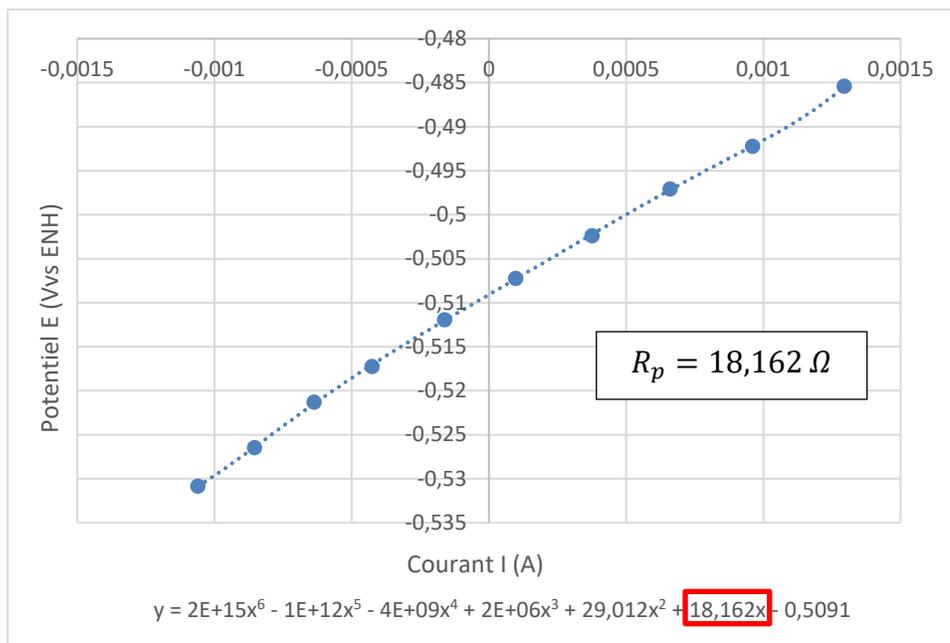


Figure 29. Exemple de détermination de la résistance à la polarisation

La réaction cathodique permet de compléter la courbe de Tafel (exemple figure 30) et de mesurer les deux pentes de Tafel (exemple figure 31). On peut alors déterminer le courant de corrosion à l'aide de l'équation de Stern et Geary (équation (3)). L'ordre de grandeur du courant de corrosion déterminé est vérifié avec celui déterminé graphiquement, à l'intersection des pentes de Tafel anodique et cathodique.

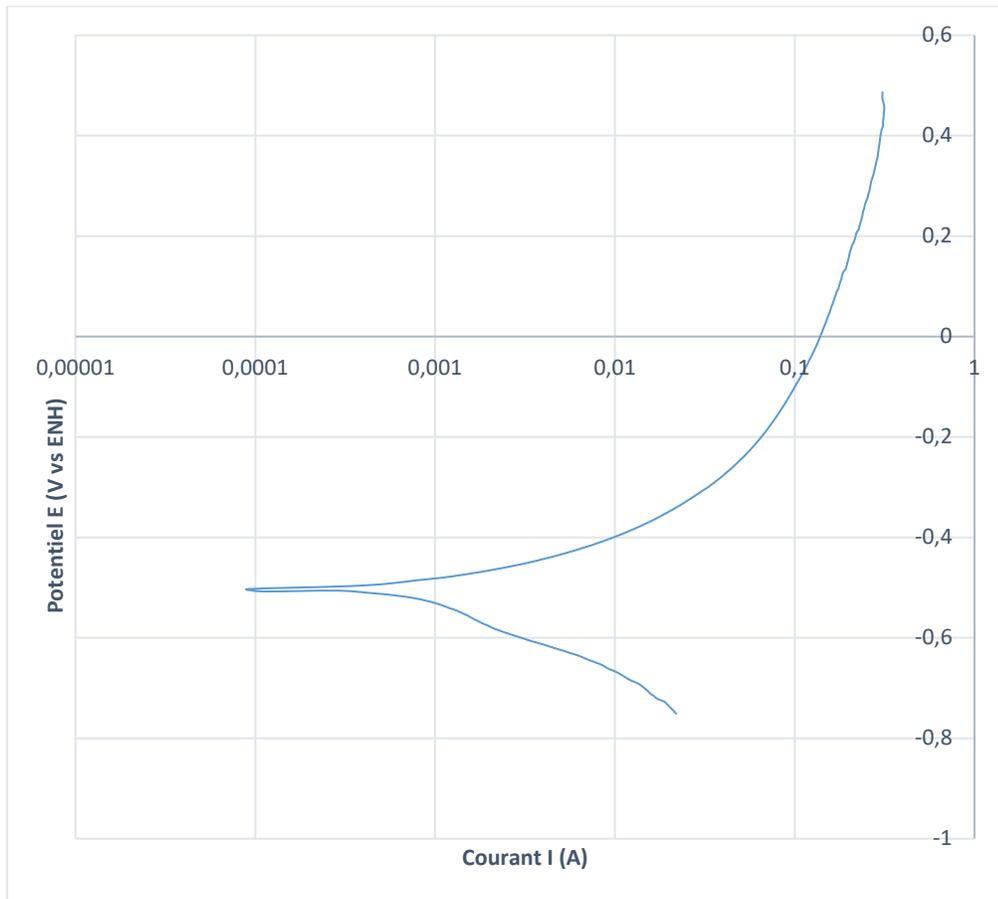


Figure 30. Exemple de courbe de Tafel

$$R_p = \frac{\beta_a |\beta_c|}{2,303 (\beta_a + |\beta_c|) i_{corr}}$$

avec

$$\begin{cases} R_p \text{ résistance à la polarisation } (\Omega) \\ \beta_a \text{ pente de Tafel anodique (V/decade)} \\ \beta_b \text{ pente de Tafel cathodique (V/decade)} \\ i_{corr} \text{ courant de corrosion (A/cm}^2\text{)} \end{cases} \quad (3)$$

Comme le montre la figure 31, les droites de Tafel ont été obtenues en étudiant une zone de  $\pm 50$  mV à partir du potentiel de corrosion. La première zone de linéarité observée à partir du potentiel de corrosion est prise en compte pour le tracé des droites. On vérifie également que le point de rencontre des deux droites se situe à l'horizontale du potentiel de corrosion.

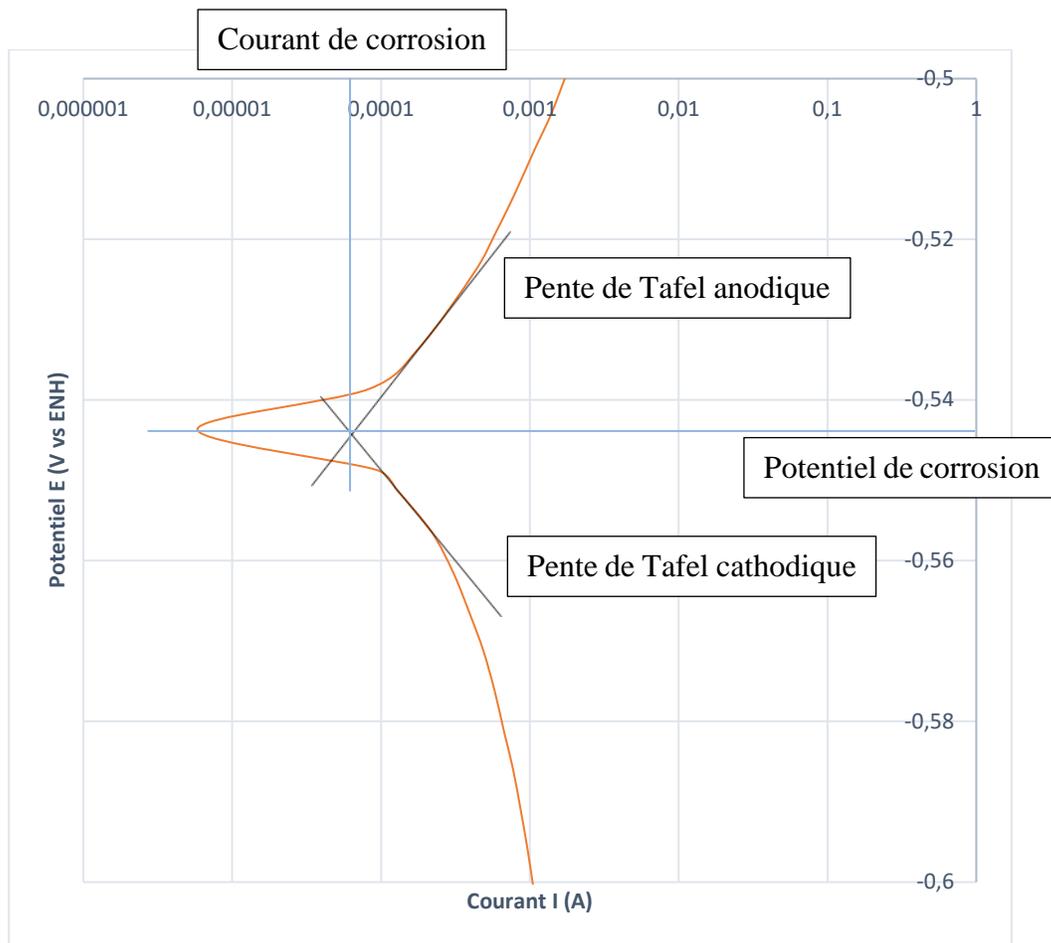


Figure 31. Exemple de pentes de Tafel

La comparaison des courants de corrosion va permettre de comparer les vitesses d'attaque du bain acide, pour plusieurs concentrations en inhibiteur de corrosion et deux états

de surface différents. Le tracé des courbes de Tafel va permettre de déterminer les potentielles conditions de passivation ou de formation de piqûres de corrosion pour l'acier maraging étudié.

### 2.7.2.3 Planification d'expérience

Le protocole d'étude est utilisé pour chaque expérience. Chaque expérience est répliquée deux fois. L'électrolyte étudié est le bain acide utilisé dans la finition par méthode chimique.

Les échantillons analysés sont :

- 1) Une face imprimée et une face usinée d'une pièce en présence de calamine ayant trempé deux heures dans un bain.
- 2) Une face imprimée et une face usinée d'une pièce décapée ayant trempé deux heures dans le bain précédent (polissage lent).
- 3) Une face imprimée et une face usinée d'une pièce ayant trempé douze heures dans le bain précédent. La pièce est décapée et le polissage commencé. À ce stade, des piqûres de corrosion sont visibles.
- 4) Une face imprimée et une face usinée d'une pièce décapée, dans le bain précédent ramené à une concentration proche de 80 mg/L de fer dissous grâce à l'inhibiteur de corrosion.
- 5) Une face imprimée et une face usinée d'une pièce décapée, dans le bain précédent saturé en inhibiteur de corrosion.



## **CHAPITRE 3**

### **RÉSULTATS**

Le présent chapitre développe les résultats issus des expériences prévues dans la méthodologie. La caractérisation mécanique et structurale à l'issue du traitement thermique est d'abord examinée, avec un intérêt particulier sur les modifications engendrées lors de la mise en solution solide. Ceci afin de savoir où porter son attention lors de la caractérisation du traitement chimique composé de deux phases : un décapage et un polissage avec ou sans changement de bain acide et avec ou sans inhibiteur de corrosion. Ensuite viennent les présentations des traitements thermique et chimique subis par les éprouvettes de fatigue entaillées. Elles permettent de vérifier l'équivalence des traitements thermiques et l'efficacité des traitements chimiques. Après, les caractérisations mécaniques en statique et en fatigue sont développées. Enfin, les résultats issus de l'étude exploratoire électrochimique sont abordés. Ceux-ci permettent d'établir des relations entre le traitement chimique effectué et les résultats électrochimiques obtenus, afin de comprendre si la voltampérométrie linéaire est une technique possible pour l'amélioration de la recette de polissage chimique développée.

#### **3.1 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE ET STRUCTURALE À L'ISSUE DU TRAITEMENT THERMIQUE**

##### **3.1.1 Caractérisation du traitement thermique**

Le chauffage, le refroidissement et la variation d'aspect visuel de la mise en solution solide et du durcissement structural sont ici étudiés. Les résultats des essais de dureté et de traction après traitement thermique sont ensuite fournis. Des micrographies, des images MEB et Keyence avant et après la mise en solution solide sont finalement présentées.

### 3.1.1.1 Caractérisation de la mise en solution solide

#### a) Chauffage

Les éprouvettes atteignent la température de 937 °C après 4 080 secondes. Le four est alors coupé et son inertie thermique amène les éprouvettes jusqu'à 943 °C. Les deux heures de mise en solution solide sont comptées à partir de 4 080 secondes.

Le bruit visible à haute température est supposé être dû à un défaut de terre. À ces températures, on arrête le four quelques secondes pour que le bruit disparaisse et que la température se stabilise. Avant que le régime permanent ne soit atteint, il convient donc d'arrêter assez fréquemment le four pendant quelques secondes afin de vérifier si la pièce est à la température désirée, puis de changer la consigne du four si nécessaire. Notons que lors de l'arrêt du four, l'incertitude de mesure combine les incertitudes du thermocouple et du module d'acquisition de données.

La courbe de chauffage de la mise en solution solide est fournie à travers la figure 32.

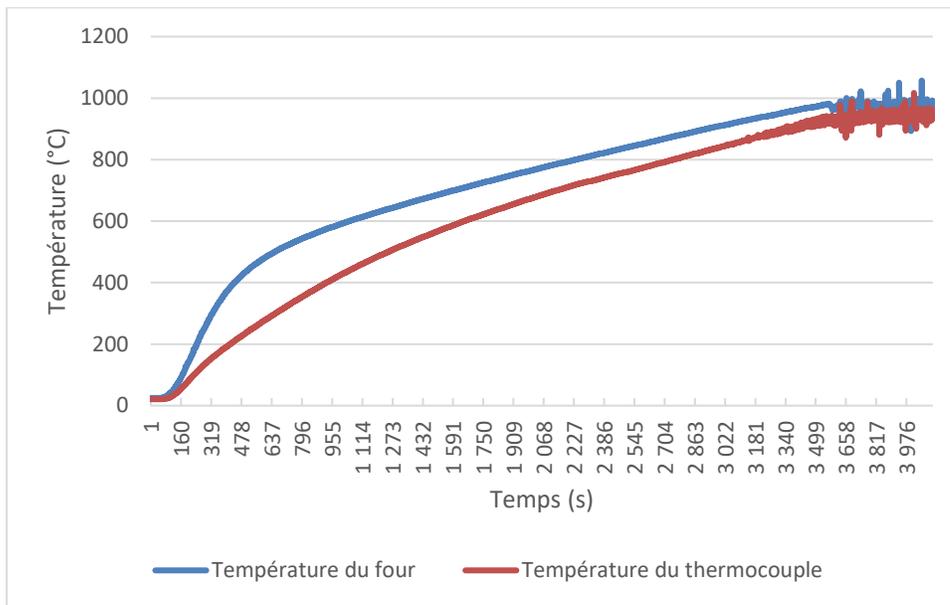


Figure 32. Courbe de chauffage du traitement de mise en solution solide

## b) Refroidissement

Le refroidissement est composé de deux parties. La première est le refroidissement contrôlé à 10 °C/min. La seconde est le refroidissement non contrôlé, une fois la porte du four ouverte. Les échanges thermiques sont insuffisants pour maintenir le taux de refroidissement de 10 °C/min. La première partie de la courbe est celle qui nous intéresse le plus, elle est fournie avec la figure 34. La courbe de refroidissement entière du traitement de mise en solution solide est fournie à travers la figure 33.

Le refroidissement contrôlé dure environ 67 minutes (4 000 s) pour passer 940 °C à 270 °C. À ce moment-là, l'ouverture progressive de la porte est une ouverture totale. C'est le début de la seconde partie du refroidissement.

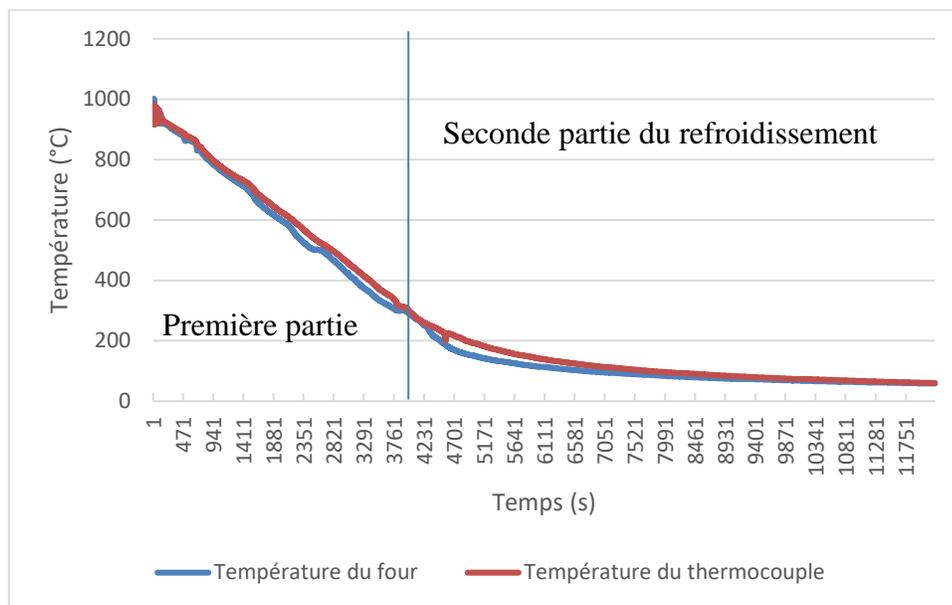


Figure 33. Courbe de refroidissement entière du traitement de mise en solution solide

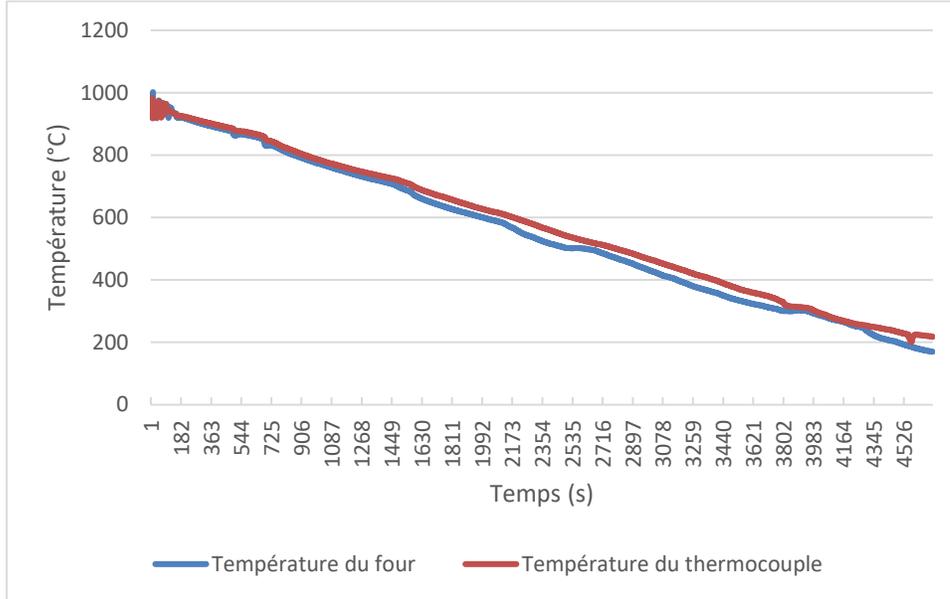


Figure 34. Courbe de la première partie du refroidissement du traitement de mise en solution solide

*c) Aspect visuel des pièces*

La mise en solution solide forme une couche écailleuse de calamine sur les pièces. Cette couche est visible sur la figure 35. Sur cette même figure, l'aspect visuel des éprouvettes brutes d'impression varie malgré des paramètres d'impression identiques.

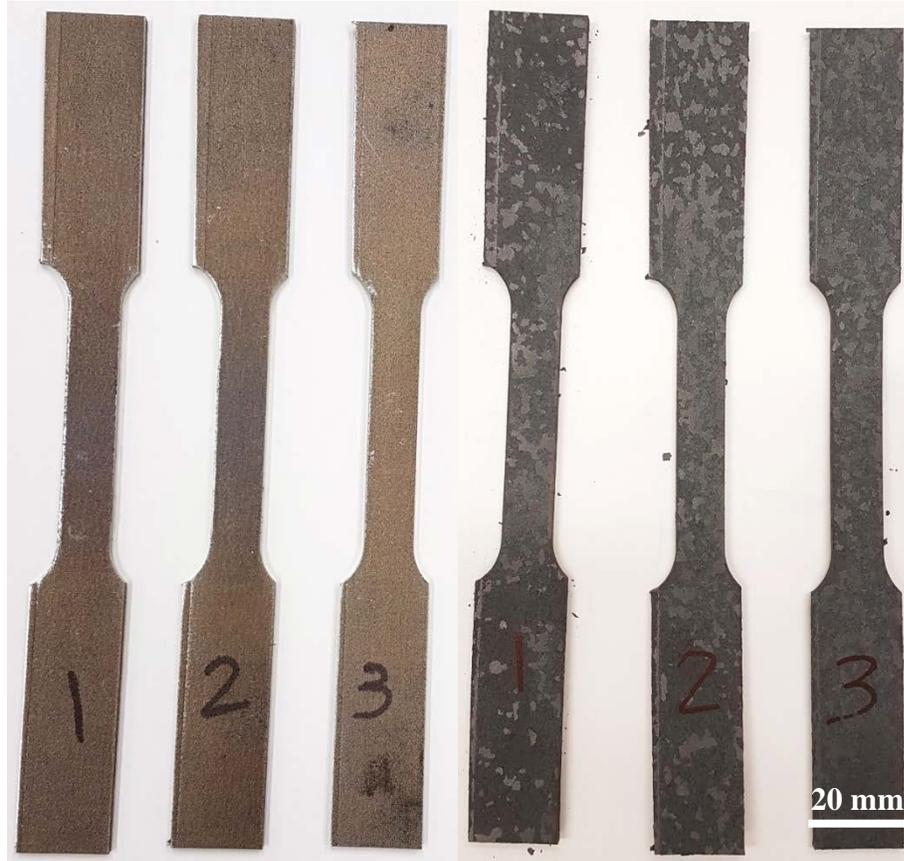


Figure 35. Aspect visuel des éprouvettes de traction avant (gauche) et après (droite) mise en solution solide

**d) Variation d'état de surface**

Le tableau 11 fournit les paramètres d'état de surface étudiés : la profondeur maximale de creux  $R_v$ , la hauteur maximale de saillie du profil  $R_p$  et la rugosité arithmétique moyenne  $R_a$ . Les mesures sont effectuées avant et après mise en solution solide sur une éprouvette  $\alpha 0^\circ$  et sur les deux faces de deux éprouvettes  $\beta 45-135^\circ$ . Elles montrent qu'après mise en solution solide :

- L'écart moyen du profil arithmétique du profil évalué  $R_a$  diminue lorsque  $R_a$  est initialement supérieur à  $10 \mu\text{m}$ . Plus  $R_a$  initial est grand, plus la diminution l'est.

- La hauteur maximale de saillie du profil  $R_p$  ne montre pas de tendance fixe.
- La profondeur maximale de creux du profil  $R_v$  diminue.

Tableau 11

Paramètres d'état de surface avant et après mise en solution solide

Éprouvette	$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )		$R_p$ ( $\mu\text{m}$ )		$R_v$ ( $\mu\text{m}$ )	
	Avant	Après	Avant	Après	Avant	Après
$\alpha 0^\circ$	17,24	16,15	57,49	55,87	57,64	46,73
$\beta 45^\circ - 1$	16,94	15,24	61,37	92,17	59,29	57,33
$\beta 45^\circ - 2$	8,38	9,35	29,16	31,12	25,66	24,91
$\beta 135^\circ - 1$	35,37	30,37	123,02	102,01	118,70	93,39
$\beta 135^\circ - 2$	29,65	27,01	103,72	110,99	94,43	89,32

### 3.1.1.2 Caractérisation du durcissement structural

#### a) *Chauffage*

Les éprouvettes atteignent la température de  $537^\circ\text{C}$  après environ 23 minutes. Le four est alors coupé et son inertie thermique amène les éprouvettes jusqu'à  $544^\circ\text{C}$ . Les quatre heures de durcissement structural sont comptées à partir des 23 minutes. La courbe de chauffage est fournie à travers la figure 36.

#### b) *Refroidissement*

Le refroidissement est effectué par l'ouverture complète du four. Les pièces ont une température inférieure à  $400^\circ\text{C}$  en environ 3 minutes, température à laquelle le durcissement structural n'est plus actif. La courbe de refroidissement est fournie à travers la figure 37.

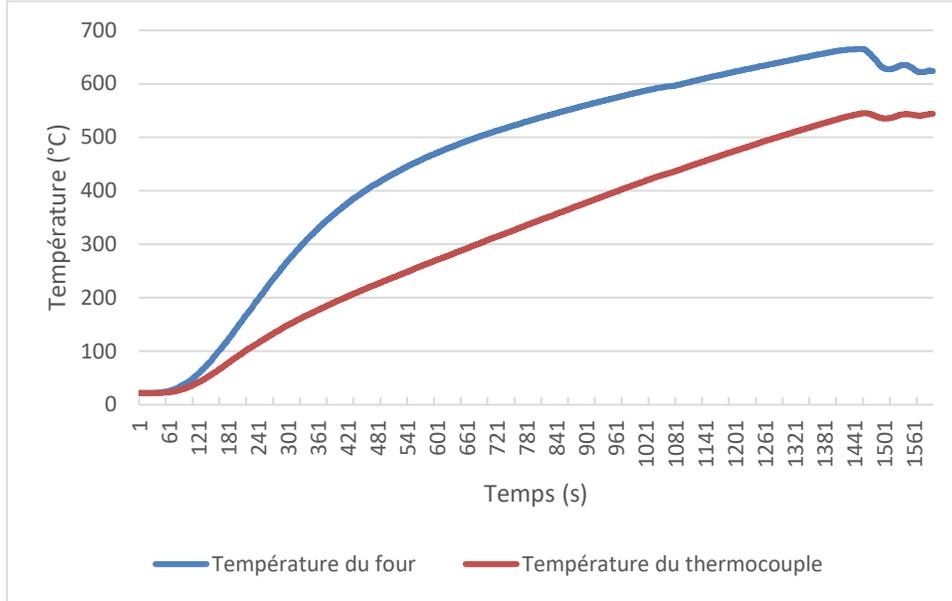


Figure 36. Courbe de chauffage du traitement de durcissement structural

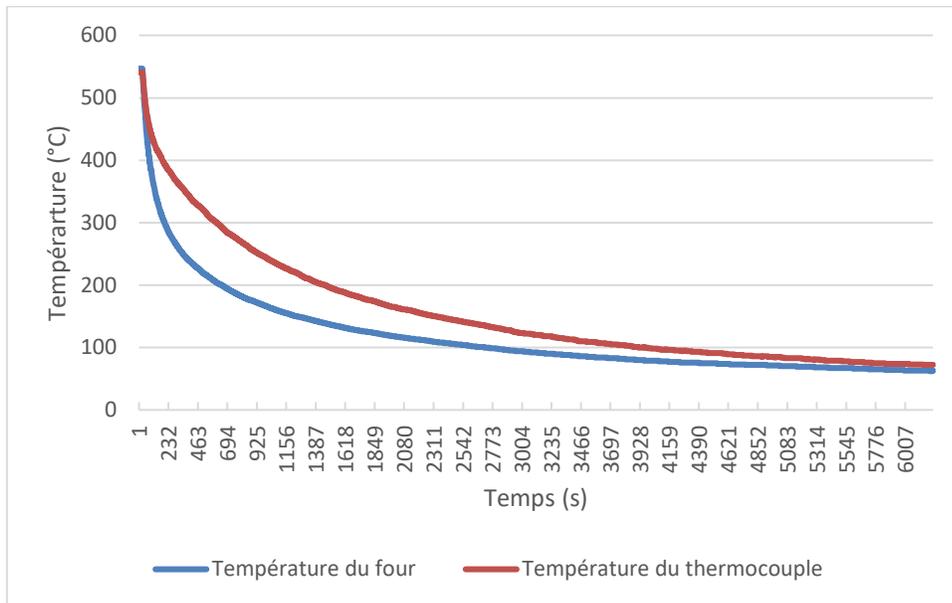


Figure 37. Courbe de refroidissement du traitement de durcissement structural

### c) Aspect visuel des pièces

Comme l'illustre la figure 38, l'aspect visuel des éprouvettes n'est pas profondément modifié par le durcissement structural. Un léger écaillage provoqué par la manipulation des pièces peut être observé.



Figure 38. Éprouvettes de traction après durcissement structural

#### 3.1.1.3 Récapitulatif issu des courbes de traitement thermique

Le tableau 12 présente les données récapitulatives du traitement thermique subi, afin de pouvoir le comparer aux autres traitements effectués. À des fins de comparaison avec le traitement thermique visé, le tableau 13 présente le récapitulatif du traitement thermique visé. La période de maintien à 940 °C est bruitée donc non analysable dans son ensemble. Cependant, la température du four est régulée par le thermocouple non bruité du four et la température des pièces a été vérifiée à intervalle régulier. Aucun événement particulier n'a été détecté.

Tableau 12

Récapitulatif du traitement thermique effectué

<b>Mise en solution solide</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
68 minutes	66 minutes	2 °C/min pendant 21 secondes	21 °C/min pendant 2 secondes

<b>Durcissement structural</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
23 minutes	Température minimale (°C)	535	542	533	533	3 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	7 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	537	551	548	548	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	0 min	37 min	13 min	0 min	

Tableau 13

## Récapitulatif du traitement thermique visé

<b>Mise en solution solide</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
Plus court possible	67 minutes	10 °C/min	10 °C/min

<b>Durcissement structural</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
Plus court possible	Température minimale (°C)	540	540	540	540	Plus court possible
	Temps de maintien sous 537 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	540	540	540	540	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	

## 3.1.1.4 Variations dimensionnelles et massiques dues au traitement thermique

Le tableau 14 résume les variations dimensionnelles observées lors de la mise en solution solide et du durcissement structural pour la distance entre entailles des éprouvettes entaillées.

La masse de référence pour la mise en solution solide est celle de l'état imprimé. La masse de référence pour le durcissement structural est l'état juste avant durcissement (mis en solution solide pour les éprouvettes non traitées chimiquement et traité chimiquement pour les autres). Les données détaillées sont disponibles dans l'ANNEXE II. Lors de la mise en

solution solide, le gain moyen n'est pas identique pour les deux modèles. Cela concorde avec le fait que l'épaisseur de la couche de calamine est dépendante de l'état de surface. Cela rajoute aussi l'information que la couche de calamine épaissit la pièce et ne fait pas que remplacer la couche superficielle de l'acier. Concernant le vieillissement, la grandeur des écarts-types calculés par rapport à la moyenne ne permet pas d'établir une loi comportementale. La diminution moyenne des dimensions est toutefois associée à l'écaillage des pièces. Cet écaillage a été vérifié lors des observations au comparateur optique ayant servi aux mesures. Pour conclure sur ce point, les variations dimensionnelles dues au traitement thermique ne doivent pas spécifiquement être prises en compte étant donné que :

- Si une surépaisseur de post-traitement est présente, celle-ci sera suffisante.
- Dans le cas contraire, une variation dimensionnelle de l'ordre du dixième de millimètre ne devrait pas être préjudiciable au comportement de la pièce.

Tableau 14

Résumé des variations dimensionnelles au cours du traitement thermique

	<b>Modèle U</b>		<b>Modèle V</b>	
	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
Homogénéisation	+ 53 $\mu\text{m}$	19 $\mu\text{m}$	+ 106 $\mu\text{m}$	26 $\mu\text{m}$
Vieillissement éprouvettes non traitées chimiquement	- 38 $\mu\text{m}$	16 $\mu\text{m}$	- 6 $\mu\text{m}$	9 $\mu\text{m}$
Vieillissement éprouvettes traitées chimiquement	- 20 $\mu\text{m}$	33 $\mu\text{m}$	- 26 $\mu\text{m}$	21 $\mu\text{m}$

Le tableau 15 résume les variations de masse engendrées par la mise en solution solide et le durcissement structural pour les éprouvettes entaillées. Les données de masse détaillées sont disponibles dans l'ANNEXE II. Le gain de masse moyen lors de la mise en solution

solide est expliqué par la formation d'oxydes et donc l'ajout d'oxygène dans la couche superficielle de l'acier. La perte de masse moyenne lors du vieillissement des éprouvettes non traitées chimiquement est signe d'un écaillage alors que le gain pour les éprouvettes traitées chimiquement est justifié par la formation de la fine couche d'oxyde.

Toutefois, les valeurs concernées ne représentent que quelques milligrammes par rapport à des éprouvettes ayant une masse d'environ 43 grammes. Il n'est donc pas crucial de les prendre en compte lors de la conception et du dimensionnement des pièces. De plus, les écarts-types sur l'ensemble des éprouvettes sont élevés et ne permettent pas d'établir de loi comportementale quant aux variations massiques dues à la mise en solution solide et au durcissement structural.

Tableau 15

Résumé des variations de masse au cours du traitement thermique

	<b>Modèle U</b>		<b>Modèle V</b>	
	Moyenne	Écart-type	Moyenne	Écart-type
Homogénéisation	+ 71 mg	78 mg	+ 118 mg	136 mg
Vieillessement éprouvettes non traitées chimiquement	- 12 mg	14 mg	- 4 mg	6 mg
Vieillessement éprouvettes traitées chimiquement	+ 9 mg	2 mg	+ 5 mg	3 mg

### 3.1.2 Essais de dureté

Le tableau 16 récapitule les duretés mesurées à l'issue de l'homogénéisation et du vieillissement de blocs de 5 cm x 2 cm x 1 cm. Les trois blocs ont été traités en même temps que les éprouvettes de traction. Ils ont une dureté moyenne de 50,1 HRC avec un écart-type de 1,7 HRC. L'écart-type global est calculé à partir des 18 mesures. Les valeurs en gras sont

les valeurs extrêmes de chacune des six mesures pour chaque pièce. La plage visée est de 48 à 52 HRC, avec comme objectif 52 HRC (contrainte industrielle pour l'usinage). Sur les 18 mesures, une seule est supérieure à 52 HRC et trois sont inférieures à 48 HRC. Le traitement thermique est donc considéré comme réussi.

Toutefois, les variations obtenues montrent que le contrôle absolu du traitement thermique n'est pas suffisant pour garantir des caractéristiques mécaniques égales pour toutes les pièces. En effet, la dureté est indicatrice de la résistance mécanique d'un matériau.

Tableau 16  
Récapitulatif des essais de dureté

Numéro de mesure	1	2	3	4	5	6	Moyenne	Écart-type
Bloc 1	<b>48,8</b>	51,2	51,2	<b>51,6</b>	51,5	49,8	50,7 HRC	1,1 HRC
Bloc 2	<b>48,8</b>	48,9	50,8	49,7	<b>52,8</b>	50,6	50,3 HRC	1,7 HRC
Bloc 3	<b>46,3</b>	47,9	50,4	47,4	51,2	<b>52,0</b>	49,2 HRC	2,3 HRC
						Global	50,1 HRC	1,7 HRC

\***gras** : extremum

### 3.1.3 Essais de traction

Le résumé des résultats des essais de traction pour la condition homogénéisée vieillie est fourni dans le tableau 17. Les valeurs extrêmes sont en gras. Les 6 éprouvettes ont subi le même traitement en même temps. Les contraintes sont calculées à partir de la moyenne de la section transversale initiale mesurée trois fois.

L'extensomètre n'a pas fourni de résultats en fin d'essai numéro 4, l'allongement à rupture n'a donc pas été calculé. Pour les autres essais, la rupture a bien lieu dans la zone surveillée par l'extensomètre.

Tableau 17

Résultats des essais de traction sur éprouvettes homogénéisées et vieilles

Essai	R <sub>p0.2</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	E (GPa)	A (%)
1	1 394	1 623	<b>65</b>	<b>11,6</b>
2	1 443	1 653	70	12,4
3	<b>1 365</b>	<b>1 604</b>	71	<b>13,8</b>
4	1 446	<b>1 714</b>	<b>77</b>	Pas de résultat
5	<b>1 474</b>	1 696	74	11,6
6	1 384	1 657	75	12,2
Moyenne	1 418	1 658	72	12,3
Écart-type	43	42	4,5	0,9

\***gras** : extremum

Les courbes de contrainte par rapport à l'extension sont disponibles dans la figure 39. La variation des caractéristiques mécaniques observées n'est pas négligeable et est à considérer lors de la suite des essais. Les résistances élastique et mécanique obtenues sont cohérentes avec le traitement thermique effectué.

En revanche, le module d'élasticité vaut environ 72 GPa. Cette valeur serait attendue pour un alliage d'aluminium, quand le module attendu pour un acier vaut environ 200-210 GPa. Cette valeur non expliquée reste néanmoins une caractéristique propre aux procédés utilisés dans notre étude. Pour les métaux, le module d'élasticité est directement lié à la cohésion du matériau cristallin, c'est-à-dire aux liaisons interatomiques. Ainsi le module d'élasticité dépend du type de réseau cristallin, du paramètre de maille de ce réseau et du type de liaisons interatomiques mis en jeu. D'autres études ont abouti à des modules d'élasticité surprenants sans explication dans la littérature. Par exemple, les données issues des courbes de Tan *et al.* (2017) et Kučerová *et al.* (2019) montrent un module d'élasticité d'environ 100 GPa, celles de Tan *et al.* (2016) environ 60 GPa, celles de Casati *et al.* (2016) environ 190 GPa et celles de Strakosova *et al.* (2019) environ 220 GPa. Une étude portant

sur l'explication de telles variations serait intéressante afin d'approfondir les connaissances sur l'acier maraging et potentiellement les matériaux métalliques issus de la fabrication additive.

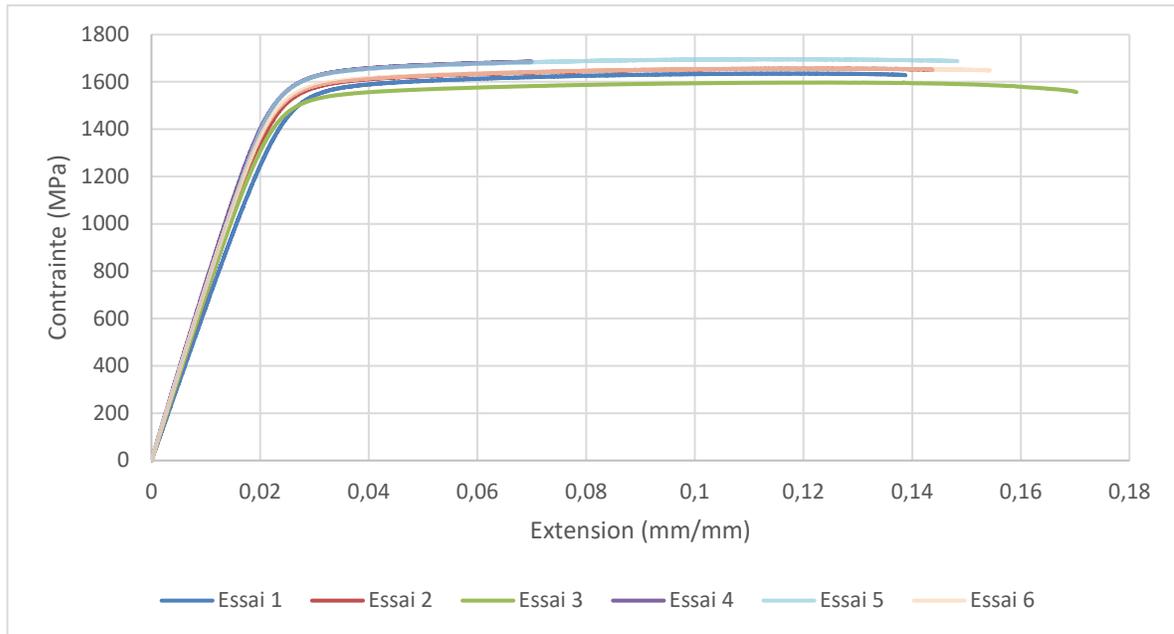


Figure 39. Courbes de contrainte par rapport à l'extension des essais de traction

### 3.1.4 Micrographies

Les micrographies d'une éprouvette  $\alpha 0^\circ$  brute d'impression et une homogénéisée sont disponibles figures 40 et 41. La vue tel qu'imprimé (figure 40) met bien en valeur les passages du laser lors de l'impression et la présence d'une couche superficielle sur le contour de la pièce. La vue homogénéisée (figure 41) montre la couche de calamine due à la mise en solution solide ainsi que la structure martensitique qui en découle. La couche de calamine mesure entre 20 et 30  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Des insertions de calamine dans la structure martensitique sont également observées.

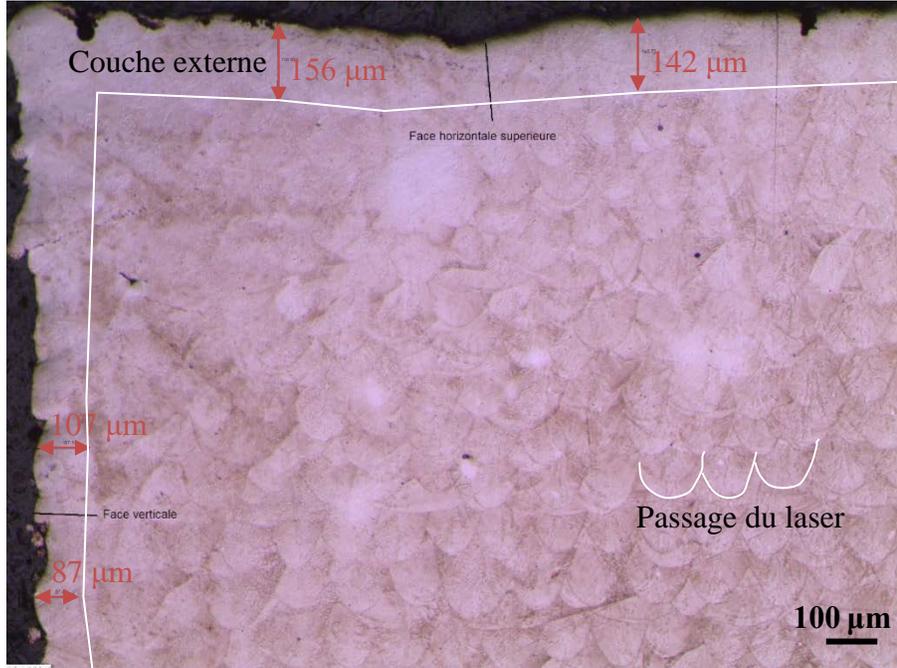


Figure 40. Micrographie d'une éprouvette  $\alpha 0^\circ$  telle qu'imprimée (vue en coupe, réactif de Fry modifié, grossissement x5)

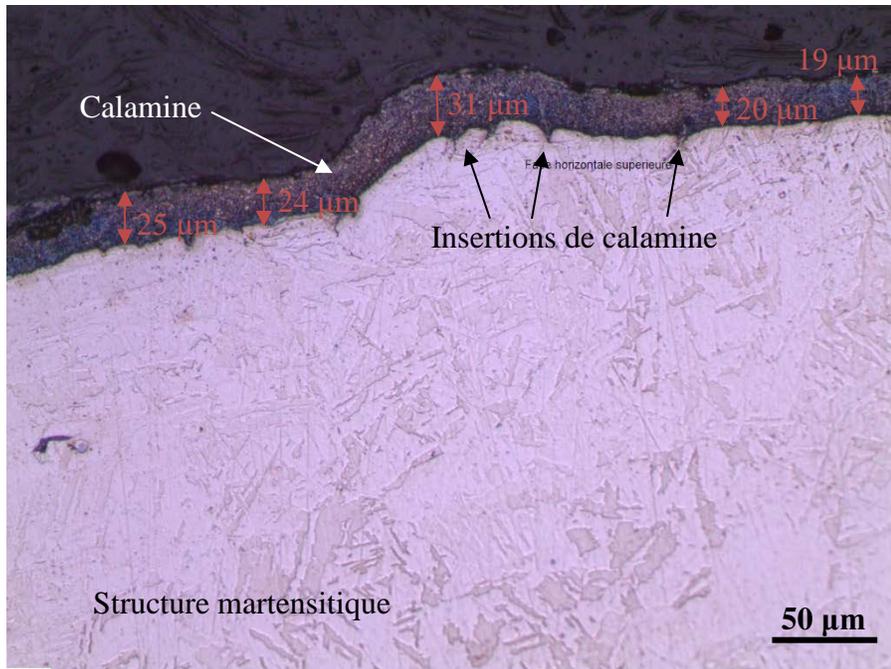


Figure 41. Micrographie d'une éprouvette  $\alpha 0^\circ$  homogénéisée (vue en coupe, réactif de Fry modifié, grossissement x20)

### 3.1.5 Imagerie MEB et microscopie Keyence

Les deux figures suivantes présentent l'imagerie MEB (mode de détection : électrons secondaires) et Keyence de deux éprouvettes de traitement chimique modèle  $\beta 45-135^\circ$ , une avant et une après mise en solution solide. Les images MEB et Keyence sont prises sur des régions différentes de chaque éprouvette. Dans l'imagerie Keyence, la couleur bleue indique le niveau le plus de bas de l'échelle. Ce niveau augmente à mesure que la couleur va vers l'ocre, où il atteint le niveau maximal de l'échelle.

La figure 42 montre la présence de quelques particules coalescentes dans l'état tel qu'imprimé. Après mise en solution solide, elles ne sont plus visibles. Dans la forme homogénéisée, des écailles sont présentes. Les stries d'impression (passage du laser visible au Keyence) ne sont plus visibles après formation de la couche de calamine. La face supérieure, avec un meilleur état de surface initial, se détériore avec la mise en solution solide. En effet, le point le plus haut mesuré au Keyence passe de  $132 \mu\text{m}$  à  $146 \mu\text{m}$ . Elle est par contre visuellement plus lisse avec une surface plus bleutée au Keyence.

La figure 43 montre la présence d'une forte coalescence de particules. Ces particules se regroupent pour former de plus gros agglomérats lors de la mise en solution solide. Sur la face inférieure, l'état tel qu'imprimé apparaît très rugueux au Keyence et lisse lors de l'homogénéisation. La mesure des points les plus hauts par le microscope Keyence confirme cela avec un passage de  $290 \mu\text{m}$  à  $200 \mu\text{m}$ .

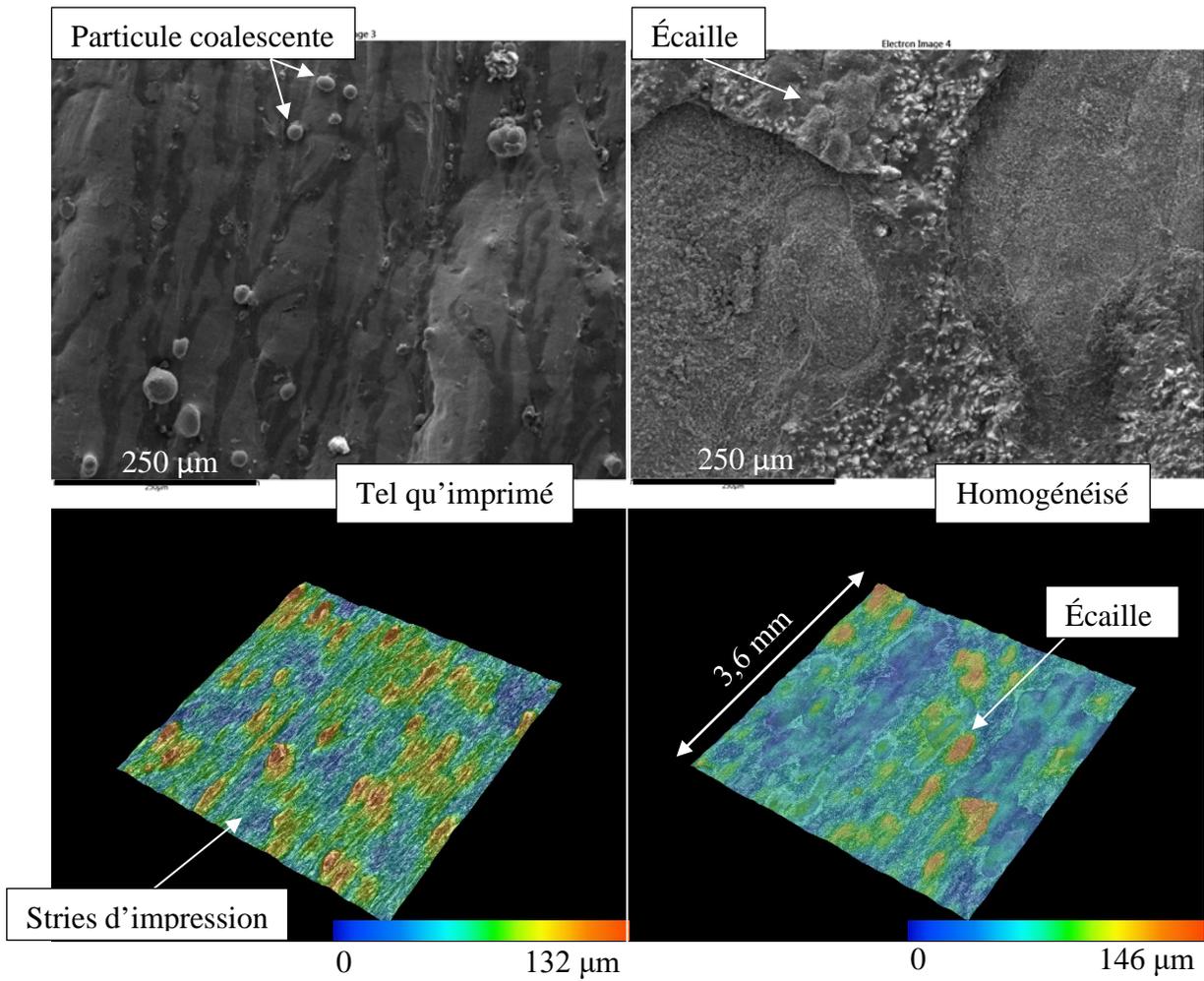


Figure 42. Imagerie MEB (dessus) et Keyence (dessous) de la face supérieure d'éprouvette de traitement chimique modèle  $\beta 45^\circ$  (Imagerie produite par le CTA-CNRC)

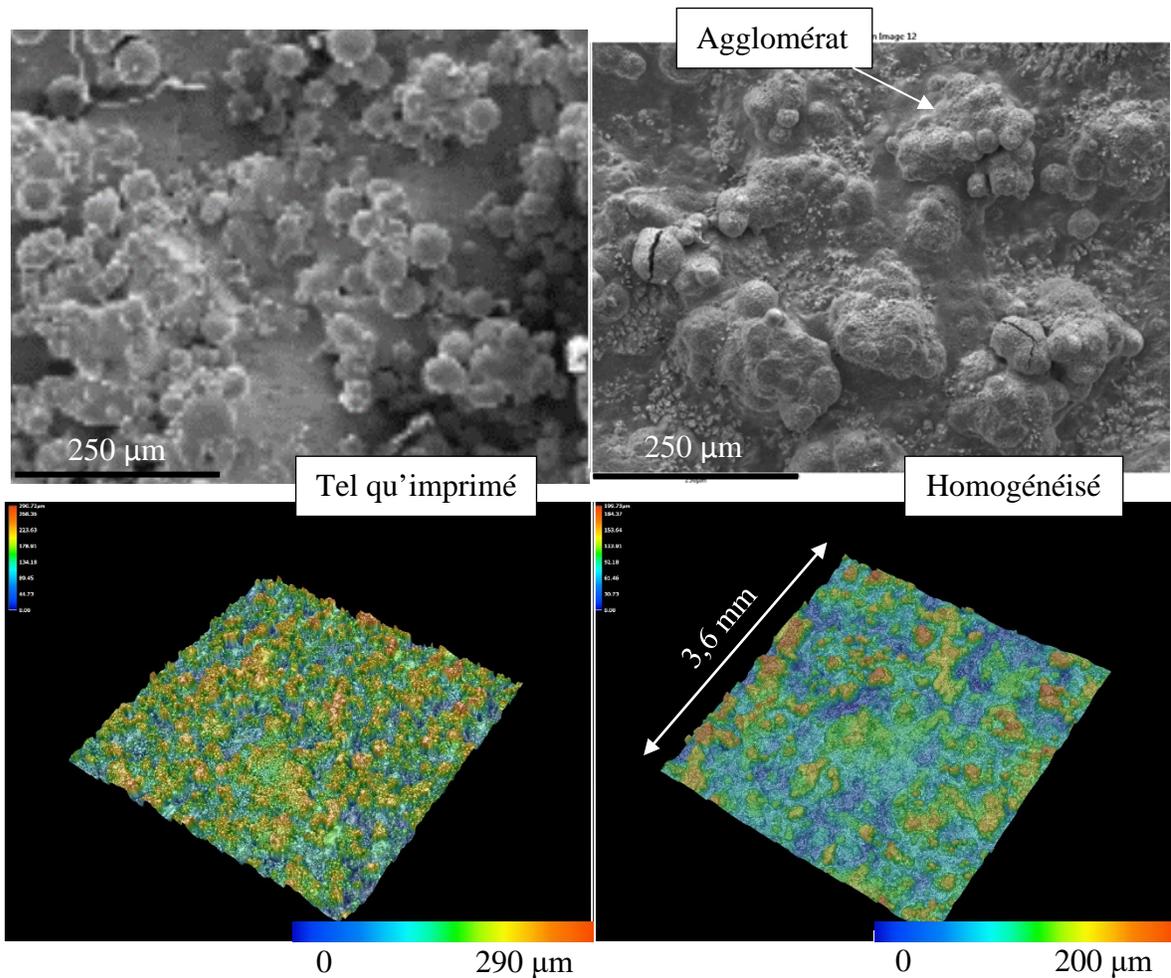


Figure 43. Imagerie MEB (dessus) et Keyence (dessous) de la face inférieure d'éprouvette de traitement chimique modèle  $\beta 135^\circ$  (Imagerie produite par le CTA-CNRC)

### 3.2 CARACTÉRISATION DU TRAITEMENT CHIMIQUE

Le traitement de décapage avec et sans inhibiteur de corrosion est d'abord abordé. Ensuite viennent l'étude du polissage sans inhibiteur et de l'influence de la concentration en fer dissous sur la vitesse d'attaque du bain acide. Enfin, les combinaisons du décapage et du polissage sans changement de bain acide avec et sans inhibiteur de corrosion sont examinées. Ces études aboutissent au choix de la recette de traitement chimique retenue pour le traitement des éprouvettes de fatigue entaillées.

Notons que durant chacun des tests, aucune variation du pH n'a été observée à l'aide de papier pH.

### 3.2.1 Décapage

#### 3.2.1.1 Décapage sans inhibiteur de corrosion

L'essai a été mené sur une éprouvette homogénéisée de traitement chimique modèle  $\beta 45-135^\circ$ . Un suivi de la masse et des macrographies ont été effectués. Le suivi d'état de surface n'a pas été effectué en présence de calamine. Le tableau 18 présente les macrographies.

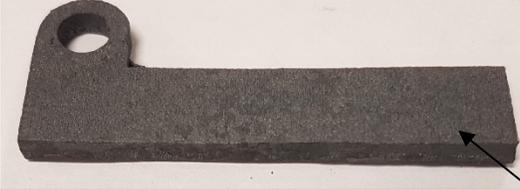
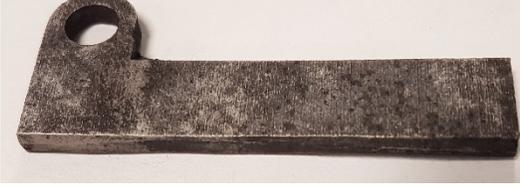
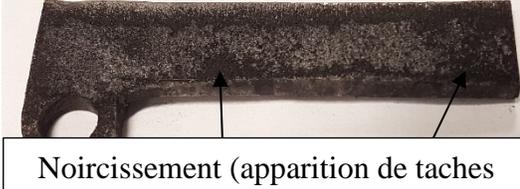
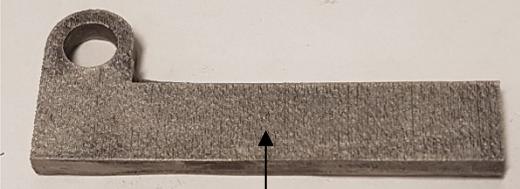
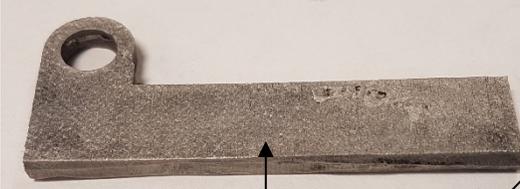
Pour la face supérieure, le décapage est visuellement effectué à partir de 9 heures. Pour la face inférieure, à partir de 12 heures. Il reste toutefois de la calamine incrustée dans les vallées les plus profondes de la face inférieure, visible sous la forme de petits points noirs. L'apparition de taches noires sur la face  $\beta 135^\circ$  après 6 heures de décapage est due au retrait de la couche écaillée de calamine (voir figure 44). Le rinçage permet le retrait de la majorité de la couche noire, il reste alors seulement des taches.



Figure 44. Éprouvette en cours de décapage non rincée

Tableau 18

Macrographies du décapage sans inhibiteur de corrosion

	Face supérieure – $\beta 45^\circ$	Face inférieure – $\beta 135^\circ$
0h		
	<p>Couche de calamine</p>	
3h		
	<p>Écaillage de la calamine</p>	
6h		
		<p>Noircissement (apparition de taches noires)</p>
9h		
	<p>Fin du décalaminage</p>	
12 h		
	<p>Faciès gris métallisé brillant</p>	<p>Fin du décalaminage</p>

La figure 45 présente la courbe de suivi de masse. La vitesse d'attaque vaut environ 0,135 g par heure pour un échantillon de surface 1 586 mm<sup>2</sup> théorique.

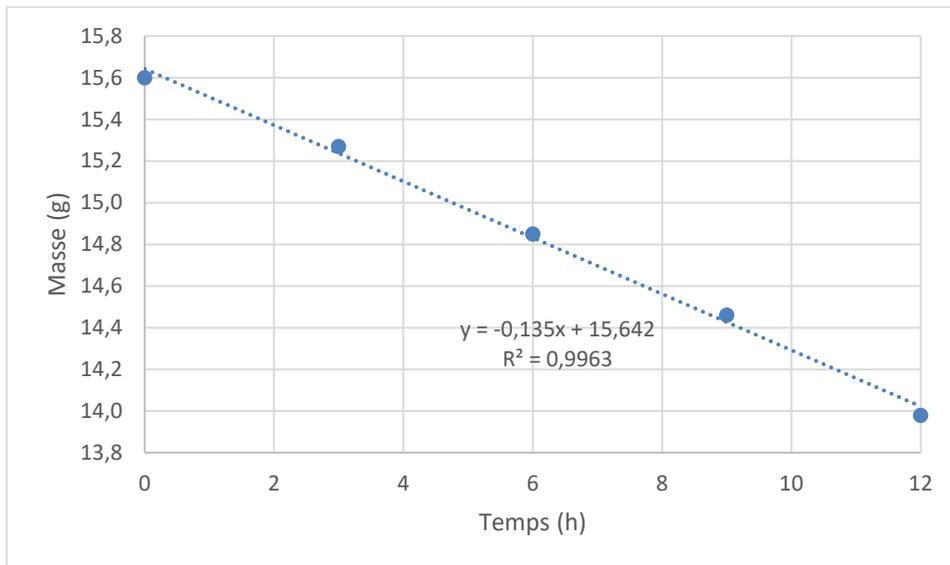


Figure 45. Suivi de masse du décapage sans inhibiteur de corrosion

### 3.2.1.2 Décapage avec inhibiteur de corrosion

Le décapage a été effectué sur trois éprouvettes du modèle  $\beta 45-135^\circ$ . Il a cette fois été atteint après 10 heures de traitement. La vitesse de décapage, ou la perte de masse, est constante avec et sans inhibiteur. Le suivi de masse est disponible figure 46.

Des micrographies sur éprouvettes  $\alpha 0^\circ$  et  $\beta 45-135^\circ$  ont été effectuées pour caractériser le décapage, elles sont disponibles figure 47. Les régions imagées ne sont pas les mêmes au fil des heures. Les trois images à 0 h montrent que l'épaisseur de calamine est variable, ici elle est plus épaisse lorsque l'état de surface initial est plus mauvais. La face à  $135^\circ$  montre également que sur une même surface, l'épaisseur de calamine peut varier. Cette variation est plus visible sur la micrographie de l'entaille inférieure d'éprouvettes de fatigue modèle V

figure 74. À noter que cette face à 135° présente beaucoup de particules coalescentes qui sont presque toutes dissoutes avant 2 h.

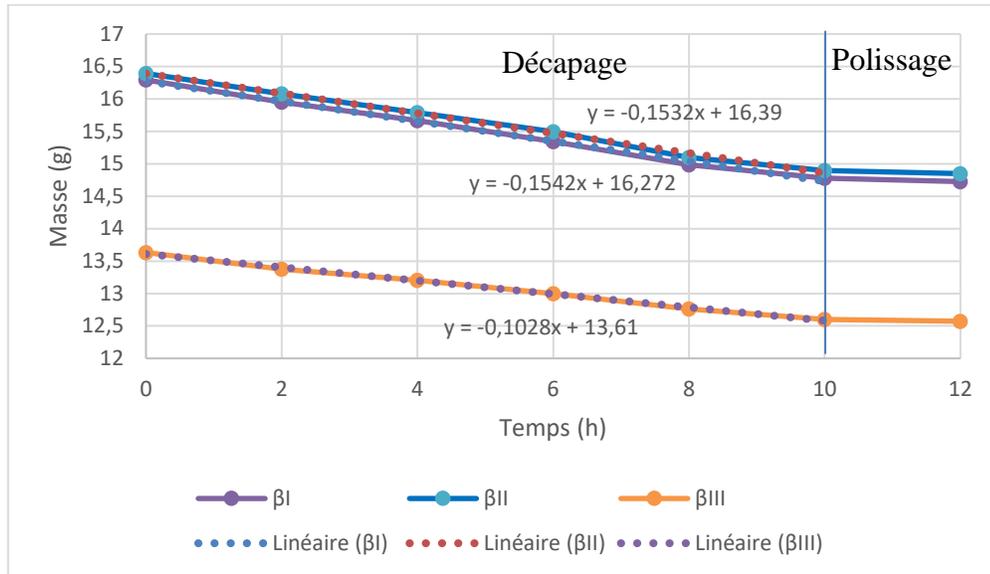


Figure 46. Perte de masse lors du décapage avec inhibiteur de corrosion

Après 10 h de décapage, les faces des éprouvettes modèles  $\alpha 0^\circ$  et  $\beta 45^\circ$  sont exemptes de calamine et ont un aspect semblable. La face du modèle  $\beta 135^\circ$  présente encore quelques traces de calamine, surtout en fond de vallées, et n'est pas lissée : des pics et des vallées y sont visibles. Le décapage est donc terminé sur les faces à  $0^\circ$  et  $45^\circ$  et incomplet sur la face à  $135^\circ$ . Toutefois, comme le montre la figure 48, le décapage terminé engendre des sites potentiels de piqûres de corrosion.

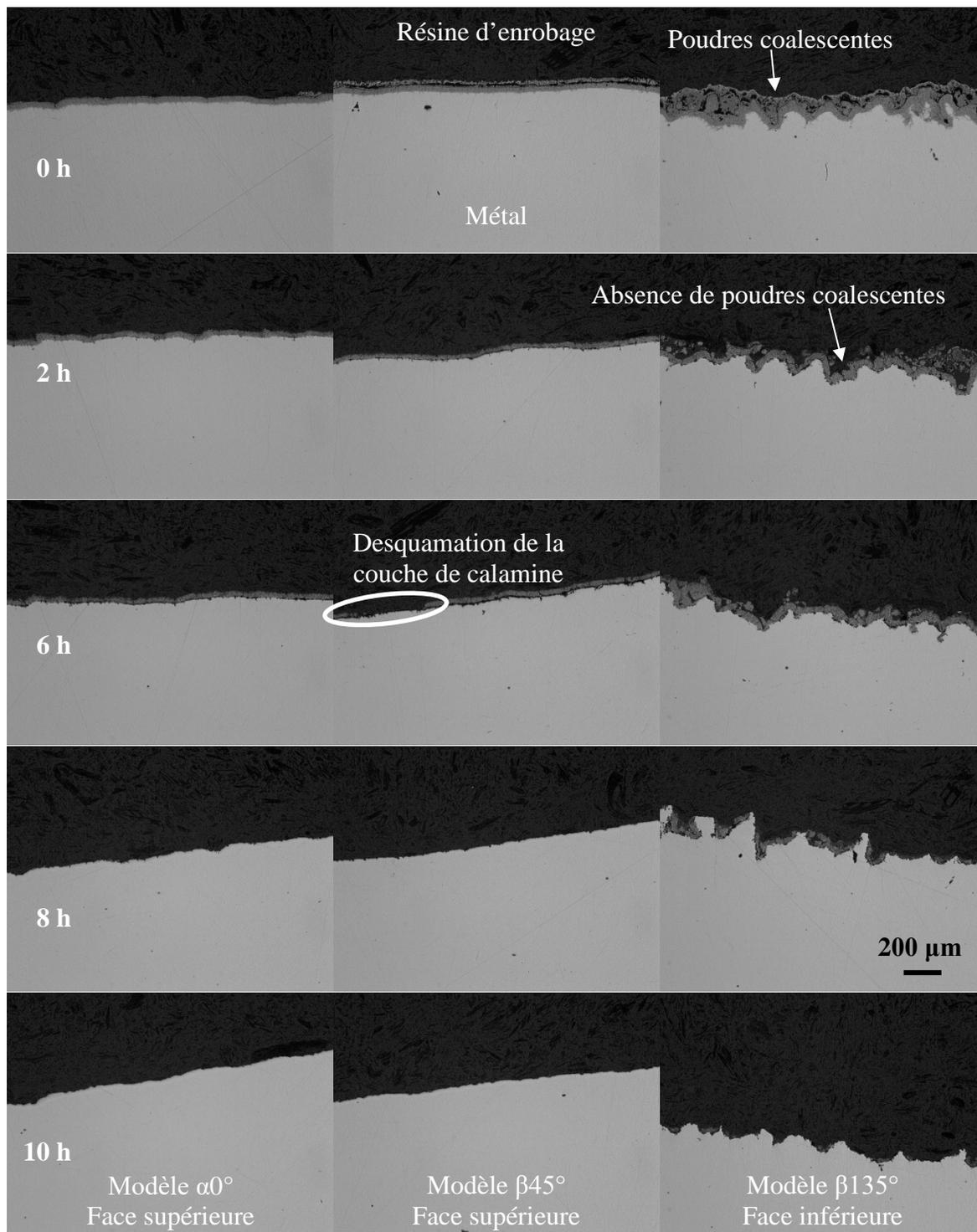


Figure 47. Micrographies de caractérisation du décapage avec inhibiteur de corrosion (grossissement x10)

La face à 135° à 6 h montre aussi le respect du modèle de Baud et Ferrier (1978) avec le début de la desquamation de la couche de calamine et la percolation de l'acide vers la couche interne de la calamine.

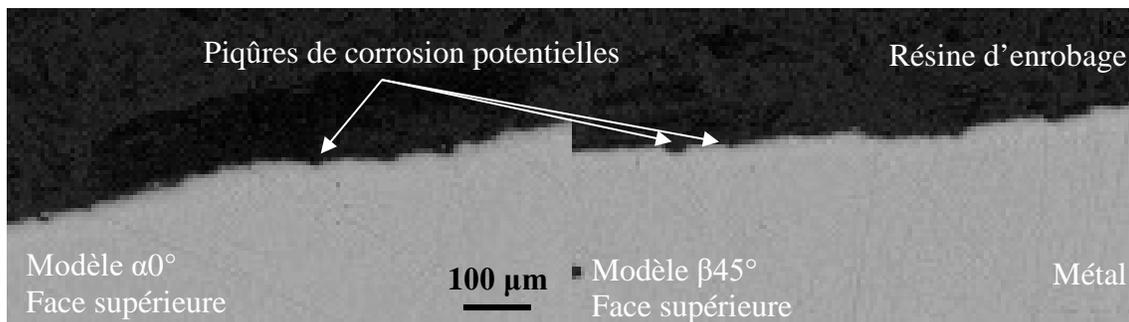


Figure 48. Agrandissement numérique de micrographies après 10 h de décapage avec inhibiteur de corrosion (grossissement x10)

### 3.2.2 Polissage

#### 3.2.2.1 Polissage sans inhibiteur de corrosion

L'essai a été mené sur une éprouvette homogénéisée de traitement chimique modèle  $\beta_{45-135^\circ}$  décapée sans inhibiteur de corrosion. Avant polissage, le bain acide a été changé. Un suivi sur la masse, de l'état de surface et des macrographies ont été effectués. Le suivi de masse est disponible figure 49. La vitesse d'attaque varie avec le temps d'attaque, et donc avec la quantité de fer dissous dans le bain. Plus la quantité de fer dissous est importante, plus la vitesse d'attaque est importante.

Les figures 50 et 51 indiquent l'état de surface mesuré toutes les trois heures sur les faces supérieure et inférieure de l'éprouvette polie sans inhibiteur de corrosion. Ces mesures indiquent que le polissage est efficace, avec une amélioration de la rugosité arithmétique moyenne pour les deux types de surface. Le passage à une rugosité arithmétique moyenne inférieure à 10  $\mu\text{m}$  implique un changement dans les critères de mesure, ce qui explique la

soudaine variation de l'état de surface de la face à 45° à 15 heures. Sur cette face, les trois paramètres étudiés diminuent en même temps. Pour la face à 135°, la rugosité arithmétique moyenne  $R_a$  et la hauteur maximale de saillie  $R_p$  diminuent alors que la profondeur maximale de creux  $R_v$  présente peu de variation.

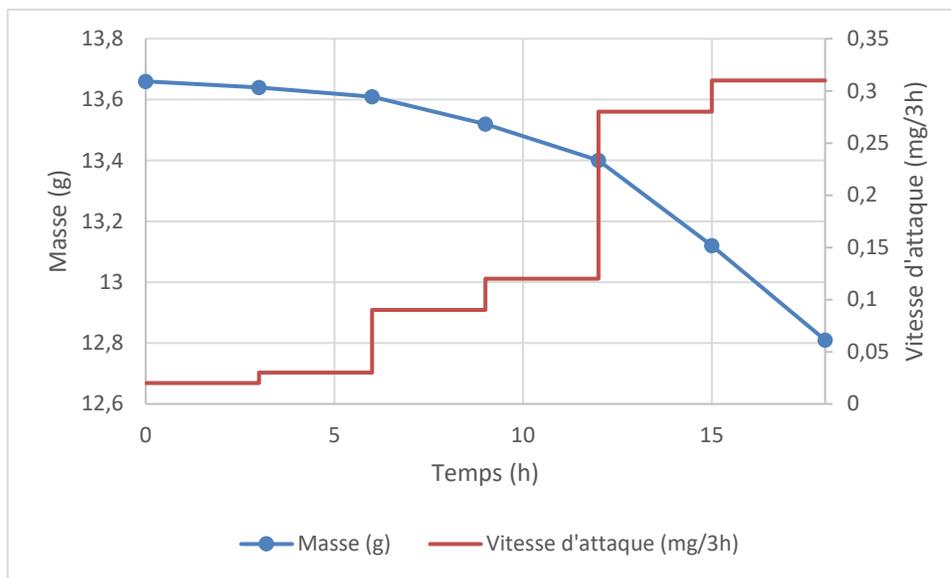


Figure 49. Suivi de masse du polissage sans inhibiteur de corrosion

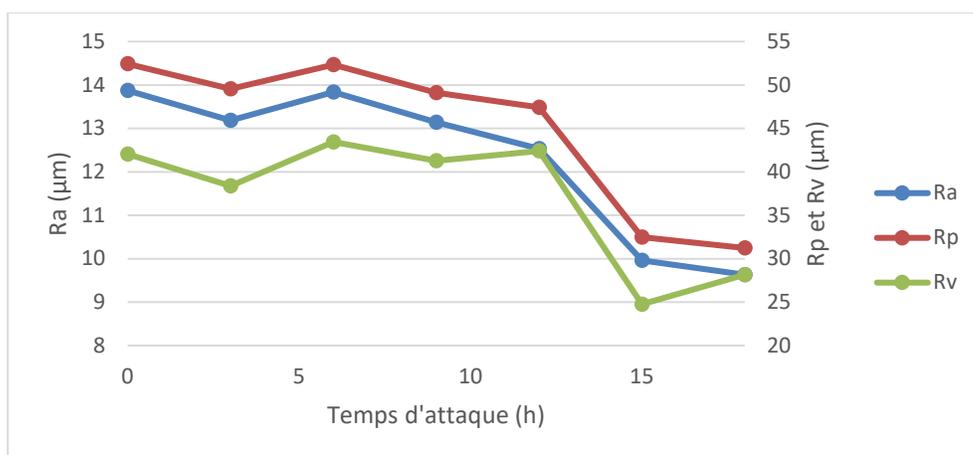


Figure 50. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion pour une face supérieure (modèle  $\beta_{45^\circ}$ )

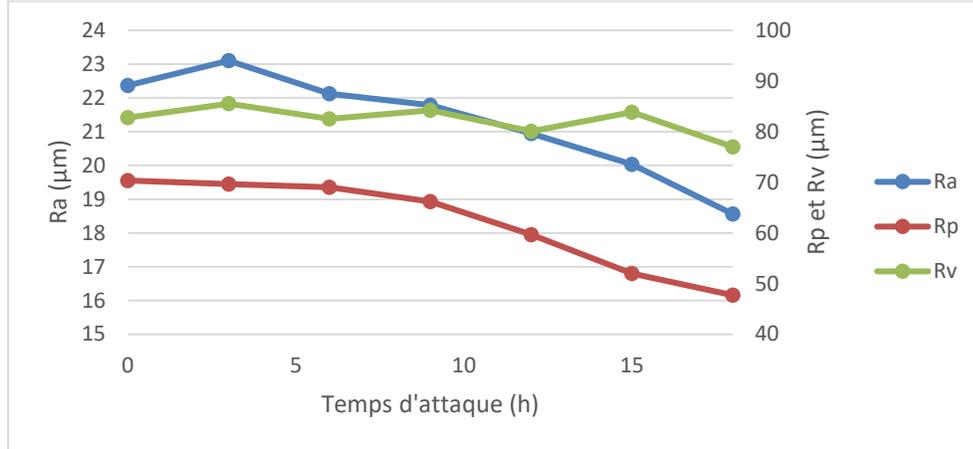


Figure 51. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion pour une face inférieure (modèle  $\beta 135^\circ$ )

Visuellement, l'aspect brillant gris métallique est de plus en plus révélé au fur et à mesure du polissage, surtout sur la face inférieure (voir macrographies effectuées le long du polissage dans le tableau 19). Toutefois, des piqûres de corrosion se forment en même temps. Ces piqûres sont plus facilement observables sur la figure 52. La surface n'est également pas très lisse et présente des pics pointus. Cela est signe d'un polissage qui manque d'efficacité ou qui est non uniforme. Un polissage efficace diminue la rugosité, mais ne peut retirer l'ondulation de la surface. Un polissage non uniforme engendre de la corrosion localisée, qui explique la présence de pics pointus en surface.

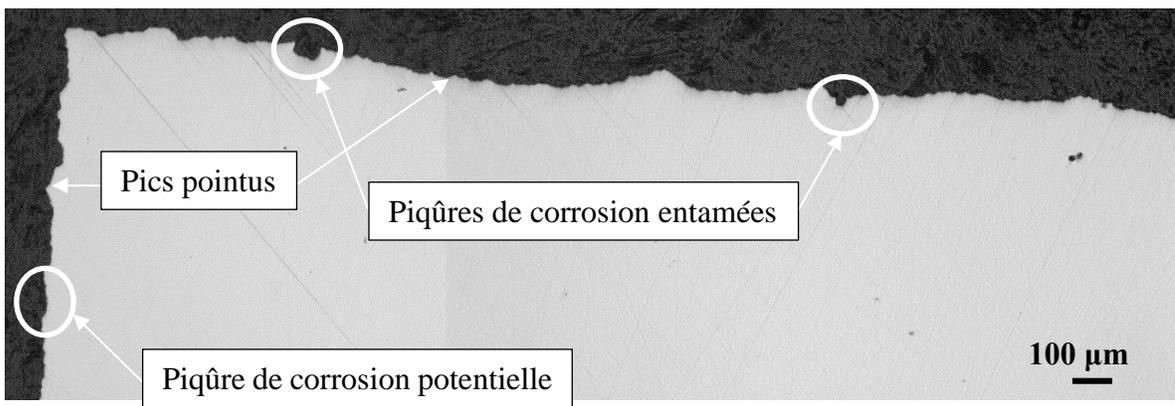
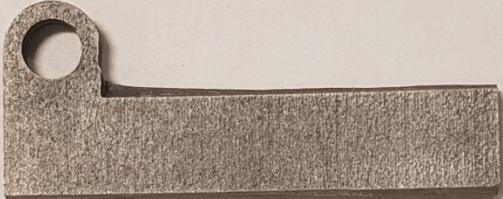
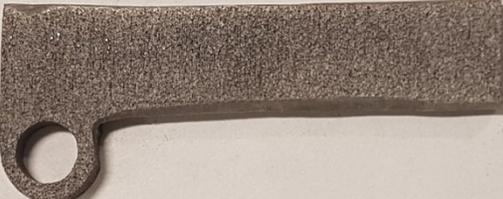
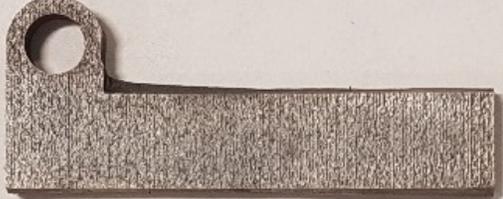
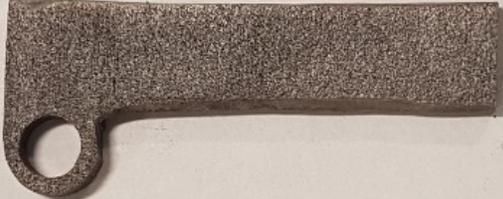
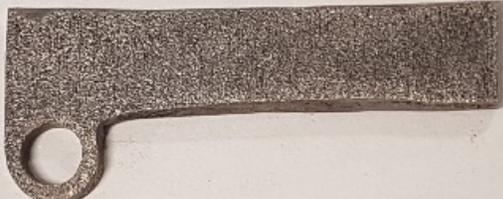


Figure 52. Micrographie d'une éprouvette  $\beta 45^\circ$  polie sans inhibiteur (vue en coupe, grossissement x5)

Tableau 19

Macrographies du polissage sans inhibiteur de corrosion

	Face supérieure – 45°	Face inférieure – 135°
3 h		
6 h		
9 h		
12 h		
15 h		
18 h		

### 3.2.2.2 Influence de la concentration en fer dissous

Le polissage d'une éprouvette modèle  $\beta 45-135^\circ$  nous fournit la courbe suivante (figure 53). La courbe se sépare en trois zones : une première à faible vitesse d'attaque, une deuxième à vitesse d'attaque maximale et une troisième où la vitesse d'attaque diminue à nouveau. Les dernières observations préconisent de rester dans la première zone pour éviter ou diminuer l'apparition de piqûres de corrosion.

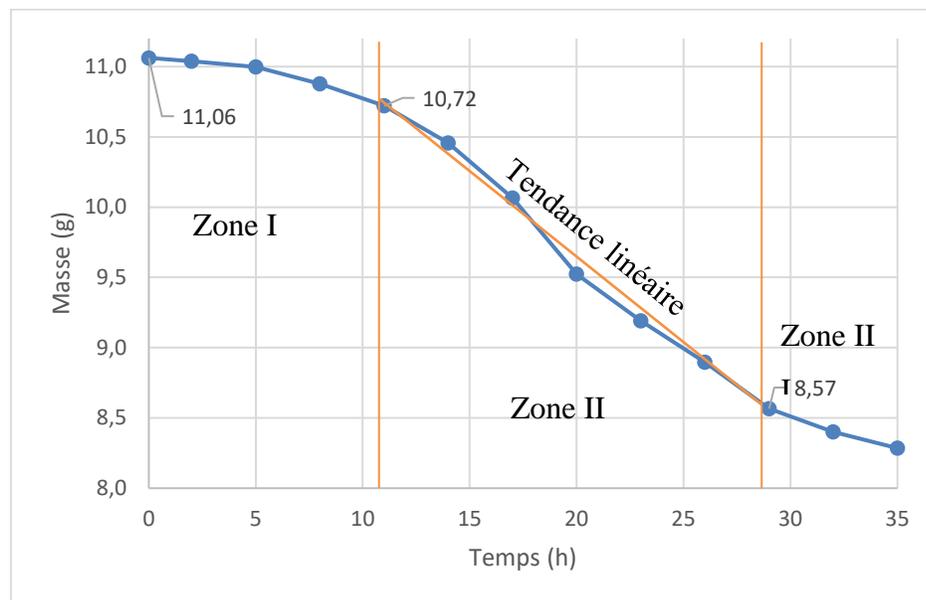


Figure 53. Perte de masse lors du polissage sans inhibiteur de corrosion

L'objectif est d'améliorer l'état de surface et de garder une vitesse d'attaque suffisamment importante pour ne pas avoir un temps de traitement chimique trop long. L'analyse d'une autre solution au MP-AES nous indique que les concentrations en fin de zone I en fer dissous sont comprises entre 248 mg/L et 568 mg/L (à 8 h et à 10 h d'attaque), pour une perte de masse de l'éprouvette  $\beta 45-135^\circ$  comprise entre 122 mg et 380 mg (à 8 h et à 10 h). La mesure suivante, à 1 044 mg/L (pour 801 mg de perdus), était accompagnée d'une

forte présence de piqûres. On en conclut qu'il existe une concentration à ne pas dépasser sous peine de voir apparaître de nombreuses piqûres de corrosion.

Un polissage de trois éprouvettes modèle  $\beta 45-135^\circ$  avec inhibiteur de corrosion de manière à viser 250 mg/L de fer dissous a engendré, sans amélioration d'état de surface, des diminutions de masse de 96 mg, 82 mg et 81 mg en huit heures. Le polissage seul avec inhibiteur de corrosion n'est donc pas concluant. La section 3.2.3.2 « Combinaison du décapage et du polissage avec inhibiteur de corrosion » développe les effets du polissage avec inhibiteur en suivi de décapage et abouti aux mêmes conclusions.

### **3.2.3 Combinaison du décapage et du polissage**

#### **3.2.3.1 Combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion**

Le polissage sans inhibiteur de corrosion n'apportant pas une diminution de rugosité acceptable, le changement de bain n'est pas considéré comme rentable. De plus, la plus grande diminution observée s'effectue dans une phase formant également des piqûres de corrosion. On vérifie alors si un décapage suivi d'un polissage sans changement de bain permet l'obtention de résultats acceptables. L'objectif est de réduire la consommation de produits chimiques et de gagner en temps en évitant le début du polissage, qui est une phase à attaque très lente.

Les images MEB et Keyence de cette section sont fournies par le CTA-CNRC, tout comme les mesures de rugosité de surface. Celles-ci permettent de valider les mesures de rugosité effectuées au palpeur Mitutoyo, sauf en cas de présence importante de piqûres de corrosion. Dans ce cas, la détérioration d'état de surface mesurée au palpeur est minimisée. Cela est dû à la faible probabilité de rencontre d'une piqûre par la ligne du palpeur alors que le microscope Keyence analyse toute une surface. Il considère donc toutes les piqûres sur cette surface.

Les essais ont été menés sur trois éprouvettes de traitement chimique modèle  $\beta 45-135^\circ$ . Les mesures d'état de surfaces sont fournies dans le tableau 20. Le temps optimal de traitement chimique est ici de 12 heures.

Tableau 20

Mesures d'état de surface obtenus par combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion

Éprouvette		$\beta 2$	$\beta 3$	$\beta 4$	$\beta 5$	$\beta 6$
Traitement		Tel qu'imprimée	Homogénéisée	Décapée - Polie 12 h	Décapée - Polie 18 h	Décapée - Polie 24 h
Face à $45^\circ$	Sa ( $\mu\text{m}$ )	16,41	15,81	11,29	13,95	16,54
	Sv ( $\mu\text{m}$ )	62,05	55,66	96,37	78,53	148,96
	Sp ( $\mu\text{m}$ )	68,26	81,86	46,33	59,07	61,77
Face à $135^\circ$	Sa ( $\mu\text{m}$ )	38,97	24,58	17,06	16,98	23,02
	Sv ( $\mu\text{m}$ )	147,82	89,32	94,60	174,26	170,24
	Sp ( $\mu\text{m}$ )	142,90	103,62	71,20	35,53	77,78

Une fois la période optimale dépassée, les paramètres d'état de surface étudiés augmentent. Les analyses par microscopie Keyence et MEB montrent la formation de piqûres de corrosion. L'imagerie Keyence est disponible figures 54 et 55. Dans l'imagerie Keyence, la couleur bleue indique le niveau le plus de bas de l'échelle. Ce niveau augmente à mesure que la couleur va vers l'ocre, où il atteint le niveau maximal de l'échelle.

L'imagerie Keyence d'une face à  $45^\circ$  (figure 54) indique que des piqûres de corrosion sont présentes à partir de 12 h de traitement chimique. Ces piqûres se multiplient, s'élargissent et deviennent plus profondes avec le temps. Un phénomène de corrosion localisée agit donc simultanément avec la corrosion uniforme qu'est le polissage.

Sur une face à  $135^\circ$  (figure 55), les piqûres sont observées à partir de 18 h de traitement chimique. L'image à 12 h ne permet pas de voir distinctement une piqûre, car l'état de surface n'est pas suffisamment lisse. On ne peut pas distinguer un cratère issu du moyen d'obtention de la surface (face non supportée en fabrication additive) d'une piqûre de corrosion.

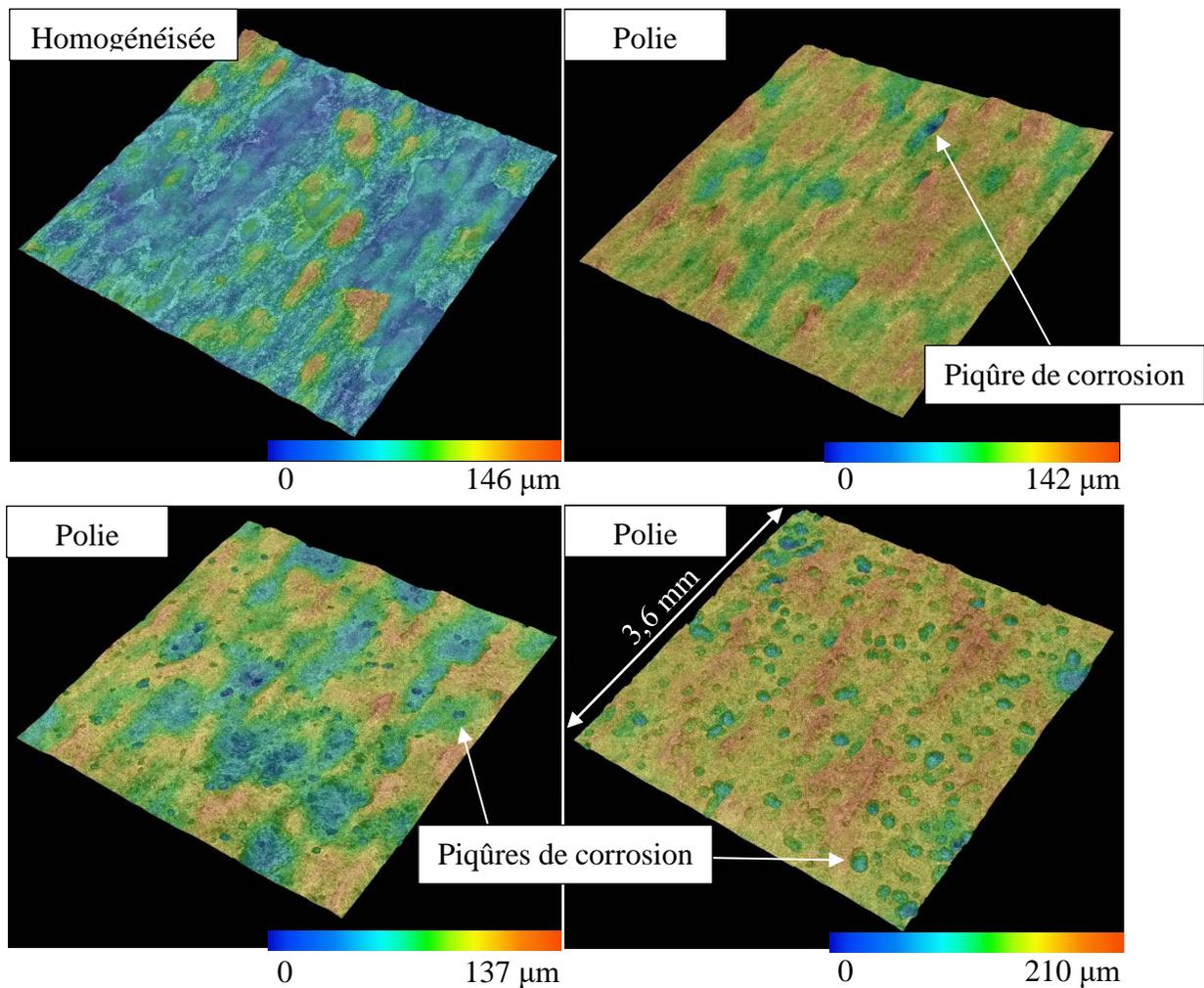


Figure 54. Imagerie Keyence d'une face à  $45^\circ$  lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (Imagerie produite par le CTA-CNRC)

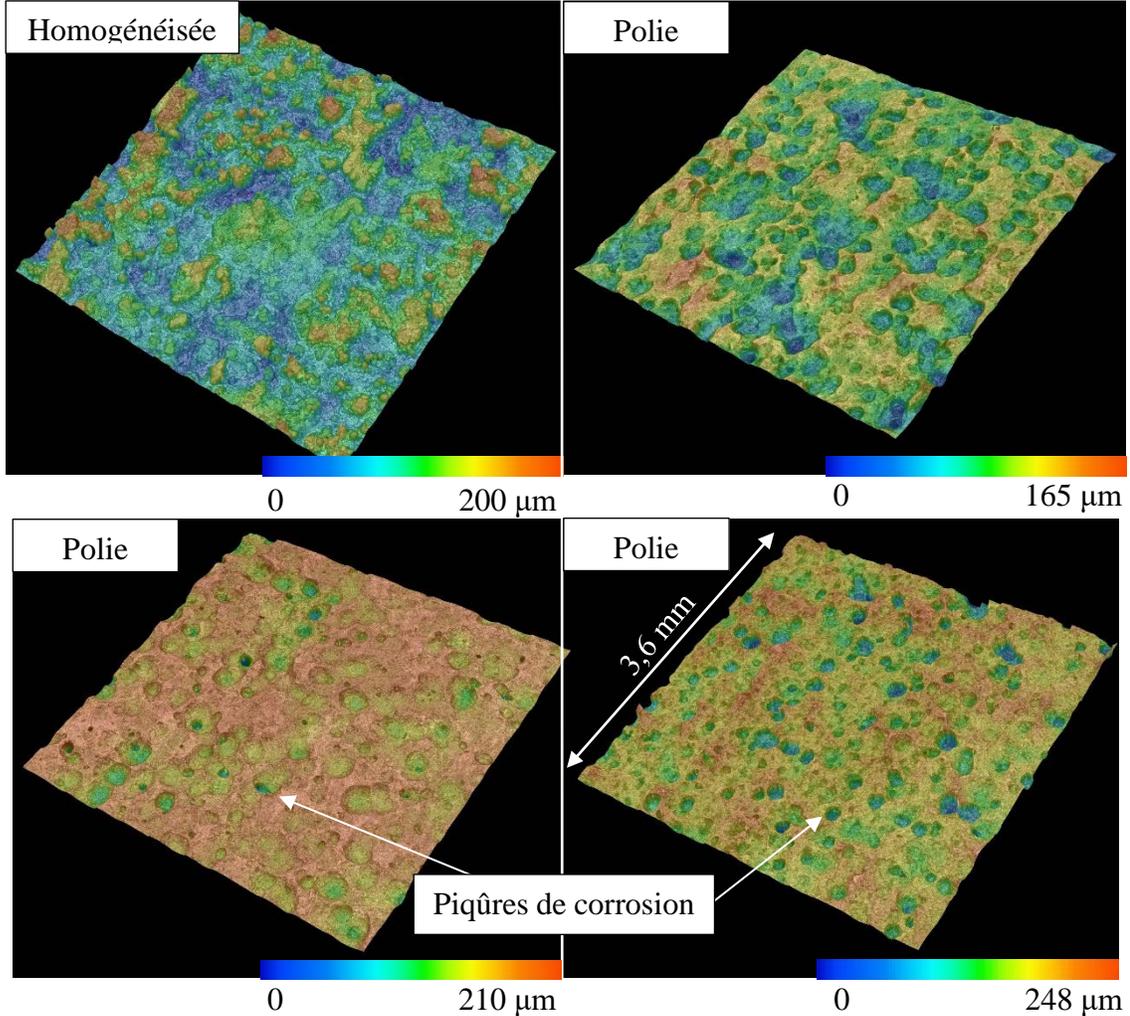


Figure 55. Imagerie Keyence d'une face à 135° lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (Imagerie produite par le CTA-CNRC)

L'imagerie MEB (mode de détection : électrons secondaires) (figures 56 et 57) montre les piqûres de corrosion formées après 18 h de polissage. Les mesures indiquent qu'une cavité (une piqûre) au MEB correspond bien à une cavité au Keyence. La présence de stries est aussi une indication que le polissage n'est pas homogène, car un bon polissage lisse la surface et ne forme pas de pics pointus. Ces stries sont déjà visibles après 12 h de décapage – polissage sans inhibiteur de corrosion.

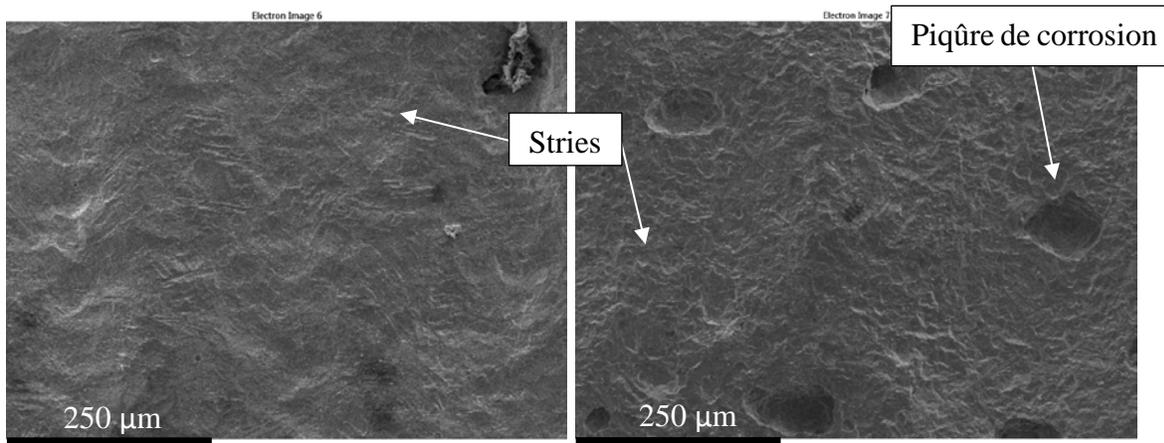


Figure 56. Imagerie MEB d'une face à 45° lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (12 h à gauche et 18 h à droite) (Imagerie produite par le CTA-CNRC)

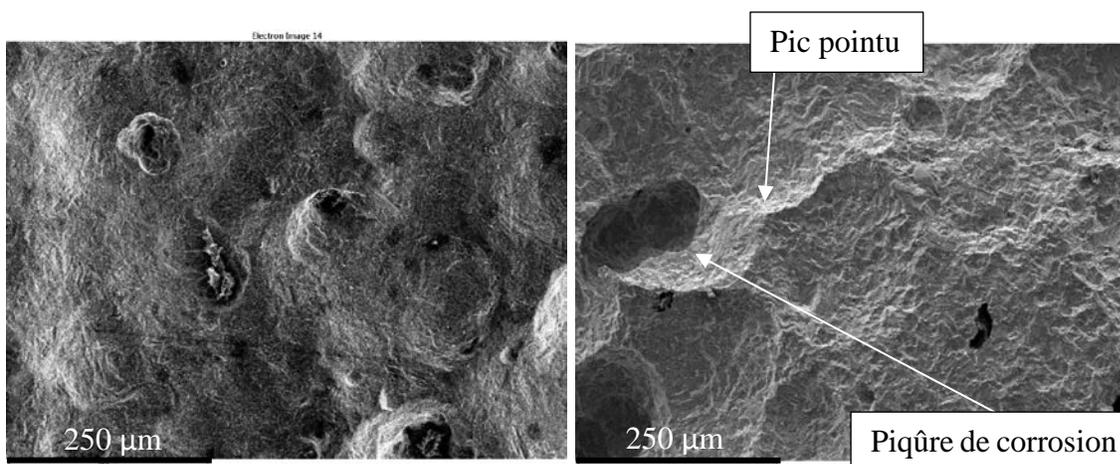


Figure 57. Imagerie MEB d'une face à 135° lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (12 h à gauche et 18 h à droite) (Imagerie produite par le CTA-CNRC)

Une analyse par MEB-EDS permet de cartographier les éléments présents en surface d'un échantillon. À chaque élément analysé est associée arbitrairement une couleur. Plus cette couleur est vive, plus la concentration de l'élément est importante. Dans notre cas (figure 58), la couleur noire dénote une absence de mesure à cause d'un relief trop important (ici une piqûre de corrosion), et non une absence de l'élément. Selon la figure 58, l'analyse par MEB-EDS ne fait pas ressortir de dissolution préférentielle de certains éléments d'alliage,

car la quantité de ces éléments ne diminue pas (les couleurs gardent la même vivacité). De plus, à 12 heures, les éléments sont bien répartis dans toute la zone étudiée et ne montrent pas d'endroit qui favoriserait l'attaque chimique.

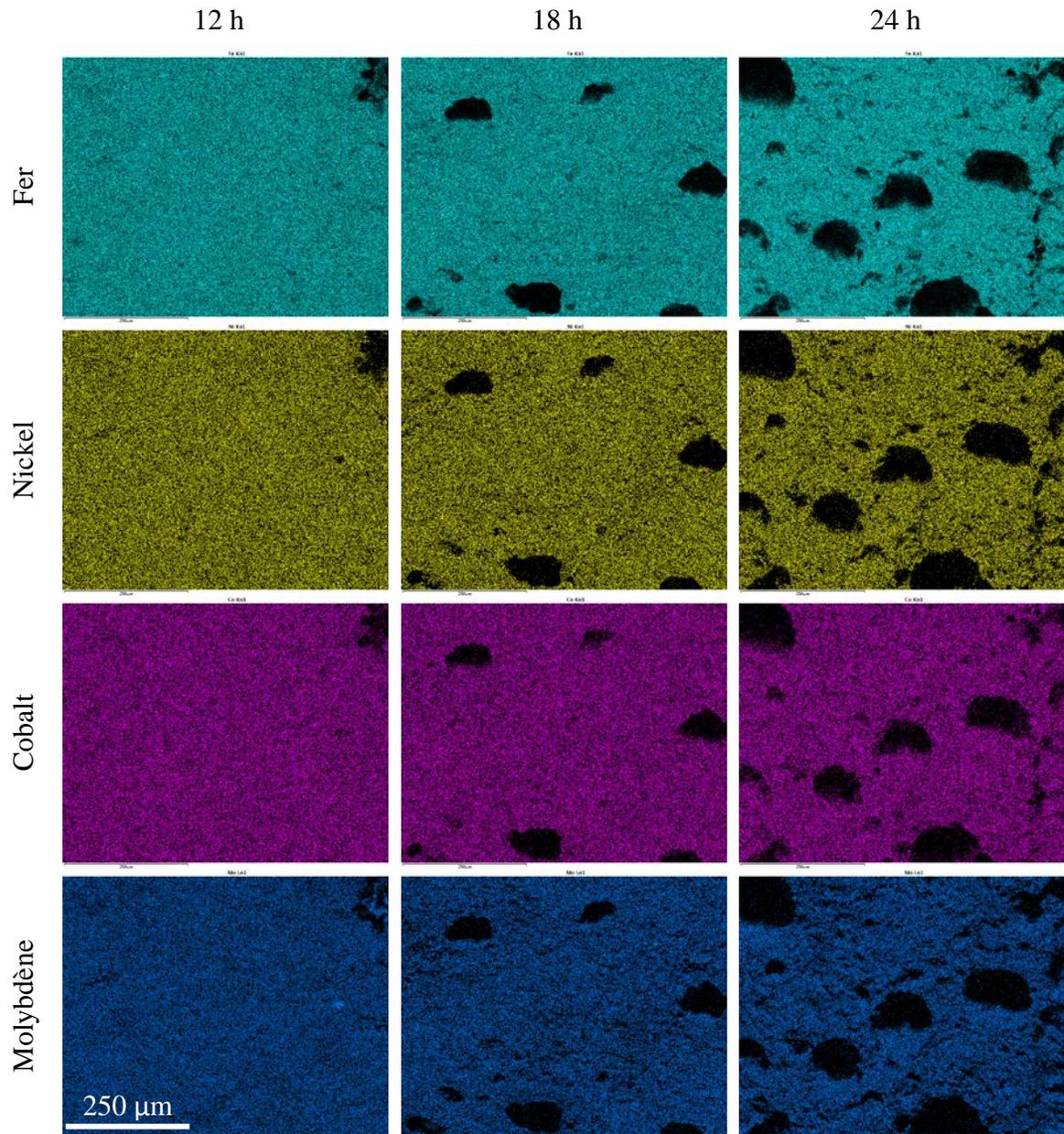


Figure 58. Imagerie MEB-EDS pour certains éléments de la face à 45° lors de la combinaison du décapage et du polissage sans inhibiteur de corrosion (12 h / 18 h / 24 h) (Imagerie produite par le CTA-CNRC)

La cause du phénomène de corrosion par piqûres n'est donc pas associée à l'attaque préférentielle d'un des quatre éléments d'alliage les plus importants par le bain de polissage. Les traces de chlore n'ont pas été recherchées dans les piqûres. Cette présence aurait permis d'être certain que le chlore est responsable de leur formation.

### 3.2.3.2 Combinaison du décapage et du polissage avec inhibiteur de corrosion

Trois éprouvettes de traitement chimique ont été étudiées : une modèle  $\alpha 0^\circ$  et deux modèle  $\beta 45-135^\circ$ . Après 10 heures de décapage, le bain n'a pas été renouvelé et le polissage a débuté. Les courbes de masse issues de ce traitement chimique sont fournies à travers la figure 59. Il y est observé une très faible variation de masse entre 10 et 18 heures, zone de polissage.

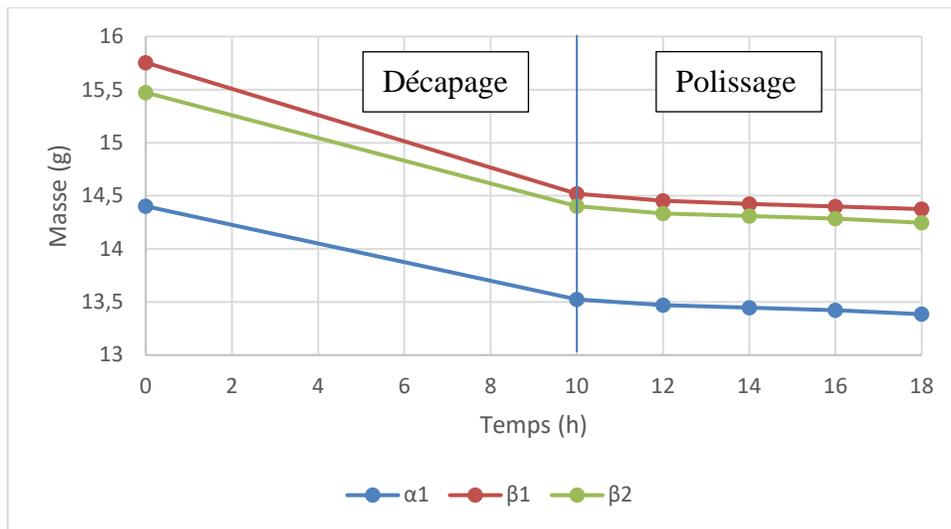


Figure 59. Perte de masse lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion

Les courbes de suivi d'état de surface lors de ce traitement chimique sont disponibles figures 60, 61 et 62. Les courbes montrent que la grande majorité de l'amélioration d'état de

surface a lieu pendant le décapage, cela quel que soit l'état de surface initial. La profondeur maximale de creux  $R_v$ , la hauteur maximale de saillie du profil  $R_p$  et la rugosité arithmétique moyenne  $R_a$  ne montrent pas de tendance fixe pour les trois éprouvettes.

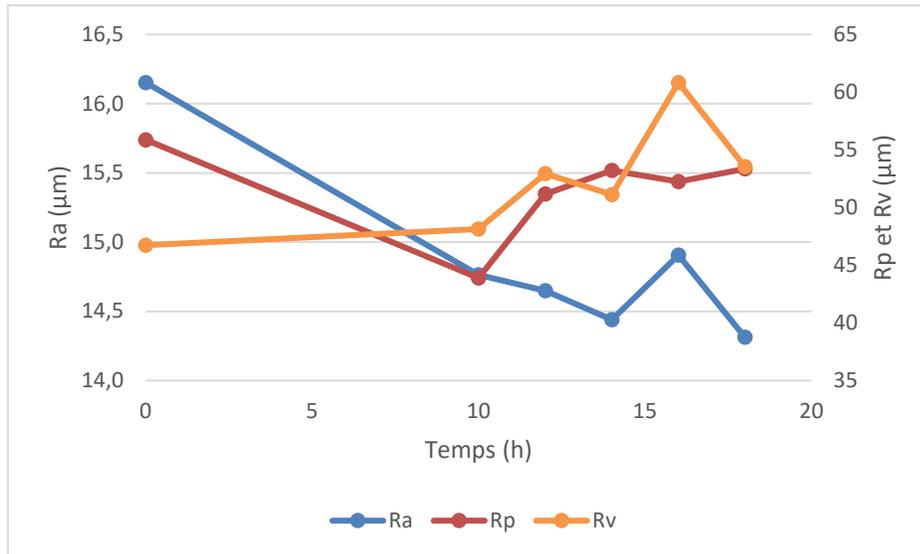


Figure 60. Suivi d'état de surface lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion (modèle  $\alpha 0^\circ$ )

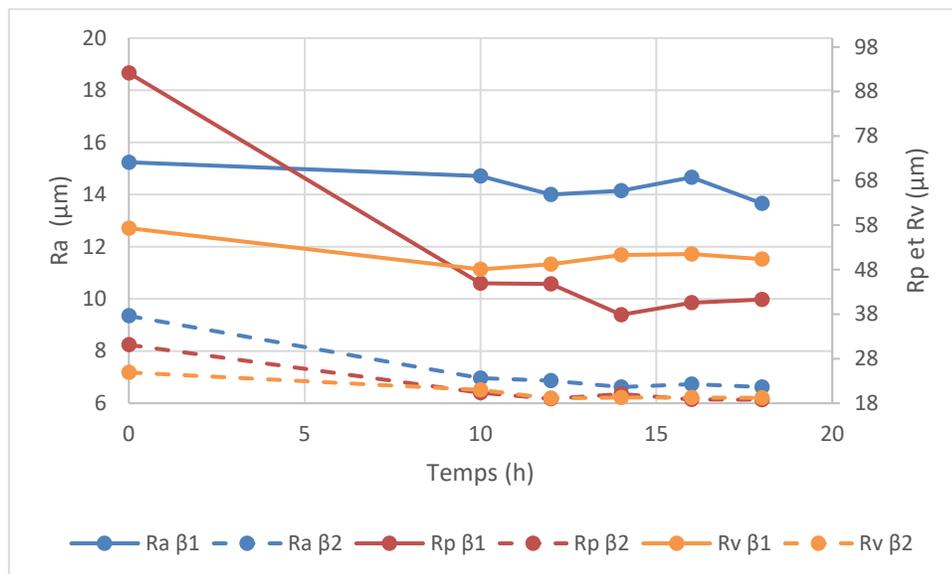


Figure 61. Suivi d'état de surface lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion (modèle  $\beta 45^\circ$ )

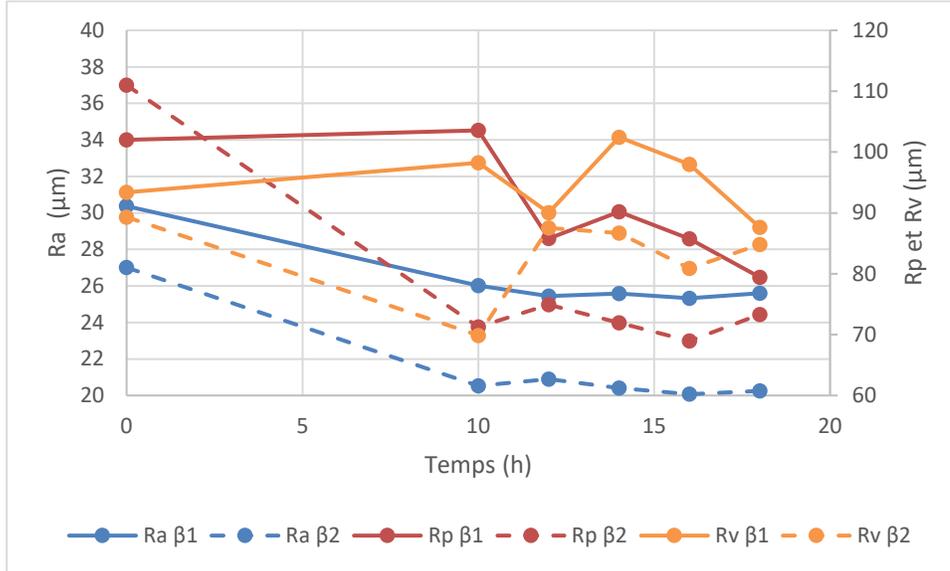


Figure 62. Suivi d'état de surface lors du traitement chimique avec inhibiteur de corrosion (modèle β135°)

Après un décapage de 10 heures, un polissage de 8 heures n'est pas efficace. Il n'apparaît pas clairement qu'un polissage plus long serait efficace. Toutefois, on sait maintenant que le décapage engendre une amélioration des propriétés d'état de surface en plus de dissoudre la calamine.

De ce fait, la recette choisie pour le traitement chimique des éprouvettes de fatigue entaillées est un décapage en présence d'inhibiteur de corrosion. Ce décapage permet l'élimination de la couche de calamine et entraîne une faible amélioration de l'état de surface.

### 3.3 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE

Les traitements thermiques et chimiques subis par les éprouvettes de fatigue sont tout d'abord vérifiés. Les vérifications sont effectuées par le suivi des courbes de température pour les traitements thermiques. Pour le traitement chimique, elles sont effectuées par un

suivi des concentrations en métaux dissous, de masse, des macrographies et des micrographies. Enfin, les résultats des essais de traction et de fatigue sont présentés.

### 3.3.1 Vérification des traitements thermiques subis

Avant de comparer les caractéristiques mécaniques avant et après traitement chimique, il convient de s'assurer que toutes les éprouvettes de fatigue modèle U et modèle V ont subi des traitements thermiques équivalents. Les récapitulatifs détaillés des traitements sont disponibles dans l'ANNEXE III.

Les mises en solution solide sont équivalentes dans les temps de chauffe et les temps de refroidissement. Le taux de refroidissement moyen de 10 °C/min est respecté. En revanche, comme le montre le tableau 21, les taux de refroidissement instantanés minimum et maximum atteints valent respectivement 1 °C/min et 25 °C/min.

Tableau 21

Taux de refroidissement minimum et maximum des mises en solution solide

	Mise en solution solide	Taux de refroidissement	
Modèle U	1	Minimum	4 °C/min pendant 16 s
		Maximum	17 °C/min pendant 2 s
	2	Minimum	5 °C/min pendant 30 s
		Maximum	16 °C/min pendant 4 s
	3	Minimum	3 °C/min pendant 1 s
		Maximum	17 °C/min pendant 6 s
	4	Minimum	5 °C/min pendant 1 s
		Maximum	17 °C/min pendant 6 s
Modèle V	5	Minimum	3 °C/min pendant 2 s
		Maximum	22 °C/min pendant 3 s
	6	Minimum	4 °C/min pendant 2 s
		Maximum	16 °C/min pendant 5 s
	7	Minimum	<b>1 °C/min</b> pendant 17 s
		Maximum	<b>25 °C/min</b> pendant 5 s
	8	Minimum	3 °C/min pendant 1 s
		Maximum	17 °C/min pendant 3 s

Les durcissements structuraux sont équivalents dans les temps de chauffe et dans les taux de refroidissement. Dans le tableau 22, le temps de maintien hors plage associé à la température minimum est le temps passé sous 537 °C, le temps associé à la température maximale est le temps passé au-dessus de 543 °C.

Concernant le modèle U, les durcissements structuraux respectent la plage visée de 537 – 543 °C sauf pendant environ 10 minutes pour les éprouvettes non traitées chimiquement (durcissements structuraux 1 et 2). Concernant le modèle V, les éprouvettes traitées chimiquement du durcissement structural 8 respectent aussi la plage de 537 – 543 °C. Celles traitées chimiquement du durcissement structural 7 ont passé 39 minutes entre 544 °C et 545 °C. Les éprouvettes non traitées sont soumises à des températures plus élevées, en moyenne 548 °C pendant 3 h 21 min et 546 °C pendant 2 h 12 min lors des deux durcissements structuraux. Les moyennes sont pondérées selon le temps passé à chaque température. Des températures plus élevées peuvent mener à un vieillissement plus important et donc à des caractéristiques mécaniques plus faibles.

Afin de déterminer l'impact de l'inhomogénéité apparente des traitements thermiques, notamment entre modèles traités chimiquement et non traités, des essais de tractions seront menés sur les éprouvettes de fatigue entaillées.

Tableau 22

Températures atteintes lors des durcissements structuraux

	Durcissement structural	Température (°C)		Temps de maintien hors plage 537 – 543 °C
Modèle U	1	Minimum	535	7 min
		Maximum	545	8 min
	2	Minimum	537	0 min
		Maximum	546	13 min
	3	Minimum	537	0 min
		Maximum	543	0 min
	4	Minimum	534	1 min
		Maximum	544	1 min
Modèle V	5	Minimum	537	0 min
		Maximum	549	201 min
	6	Minimum	539	0 min
		Maximum	546	132 min
	7	Minimum	538	0 min
		Maximum	545	39 min
	8	Minimum	535	1 min
		Maximum	546	1 min

### 3.3.2 Traitement chimique subi

Durant chacun des traitements, aucune variation du pH n'a été observée à l'aide de papier pH.

Le suivi des concentrations mesurées au MP-AES sera d'abord abordé. Les macrographies et micrographies permettant de caractériser le traitement chimique seront ensuite présentées.

### 3.3.2.1 Suivi des concentrations au MP-AES

L'inhibiteur ajouté, le ferrocyanure de potassium, a été dosé de manière à viser un retour à 250 mg/L de fer dissous dans le bain acide. Les valeurs de concentration dans cette section sont celles fournies par le MP-AES après avoir dilué 25 fois la solution prélevée pour analyse, soit 10 mg/L visés.

#### a) *Modèle U*

Le traitement chimique du modèle U a été fait dans deux bains, sur deux périodes : 0 à 10 h et 10 h à 30 h. Le premier bain a été remplacé à cause d'un surplus d'inhibiteur de corrosion. Les suivis des concentrations sont disponibles figures 63 et 64. Un surplus d'inhibiteur est indiqué par une solution filtrée de teinte jaune (solution transparente en temps normal). Il est également indiqué par l'absence de nickel et de cobalt dissous. Enfin, le fer dissous détecté est celui du ferrocyanure de potassium dissous. Les variations observées ne sont alors plus une augmentation de la concentration en fer dissous, mais une diminution. Le fer de la molécule d'inhibiteur réagit avec les éléments d'alliage dissous de l'acier maraging.

Cet excès d'inhibiteur n'est pas problématique, car il a été montré précédemment que l'inhibiteur agit peu sur le décapage et la dissolution de la calamine.

Chaque diminution de concentration (aux deux heures) correspond à l'ajout d'inhibiteur de corrosion et à la réaction de précipitation des ions dissous associée.

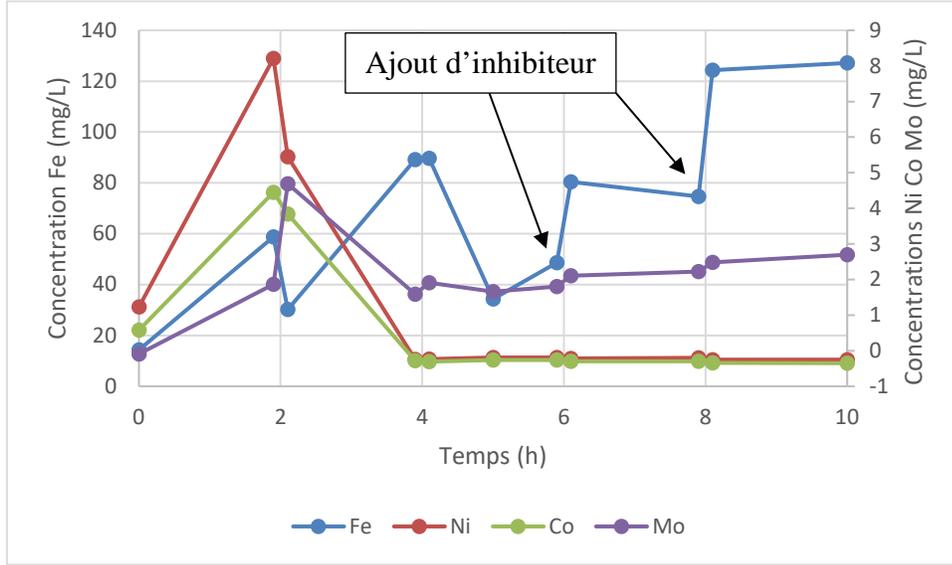


Figure 63. Suivi des concentrations au MP-AES pendant le décapage (0 h-10 h)

L'augmentation des concentrations de nickel, cobalt et molybdène à 18 heures coïncide avec le repos du bain pendant une nuit. Durant cette période, les particules issues de la desquamation de la calamine peuvent continuer à se dissoudre.

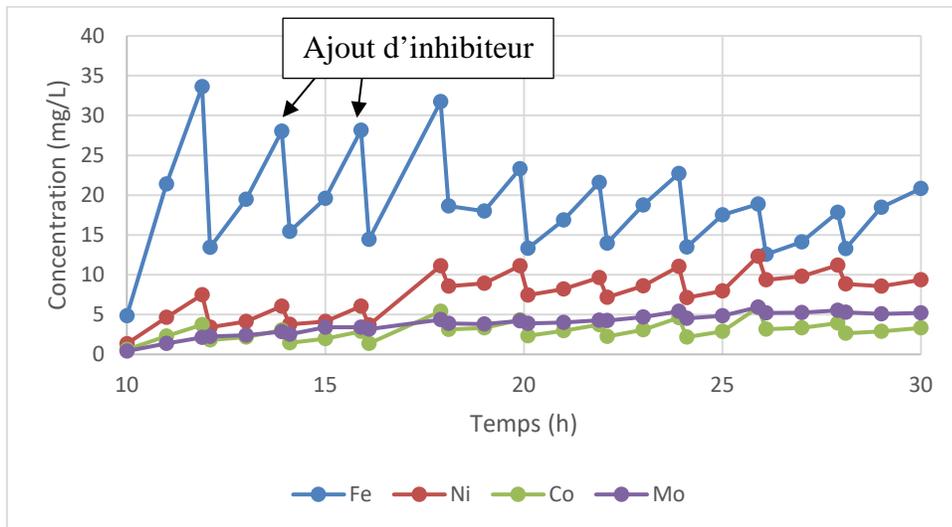


Figure 64. Suivi des concentrations au MP-AES pendant le décapage (10 h-30 h)

À partir de 20 heures de décapage, l'augmentation en fer dissous en deux heures est moins importante qu'auparavant. Cela indique que la quantité de calamine dissoute en deux heures est moins importante. La vitesse d'attaque de la calamine étant constante, c'est qu'il y a moins de calamine à dissoudre. On en déduit que la fin du décapage approche.

La masse d'une éprouvette a été suivie. La différence mesurée finale vaut 269 mg. Comme le montre la figure 65, la vitesse de décapage diminue à partir de 23 heures, ce qui indique la fin du décapage et le début du polissage.

Le suivi de masse global indique une perte de masse moyenne de 386 mg (écart-type 35 mg) par rapport à l'état homogénéisé. La variation dimensionnelle associée est une diminution de 82  $\mu\text{m}$  (écart-type 80  $\mu\text{m}$ ) par rapport à l'état tel qu'imprimé sur la distance en fond d'entaille. Toutes les valeurs mesurées sont disponibles dans l'ANNEXE II.

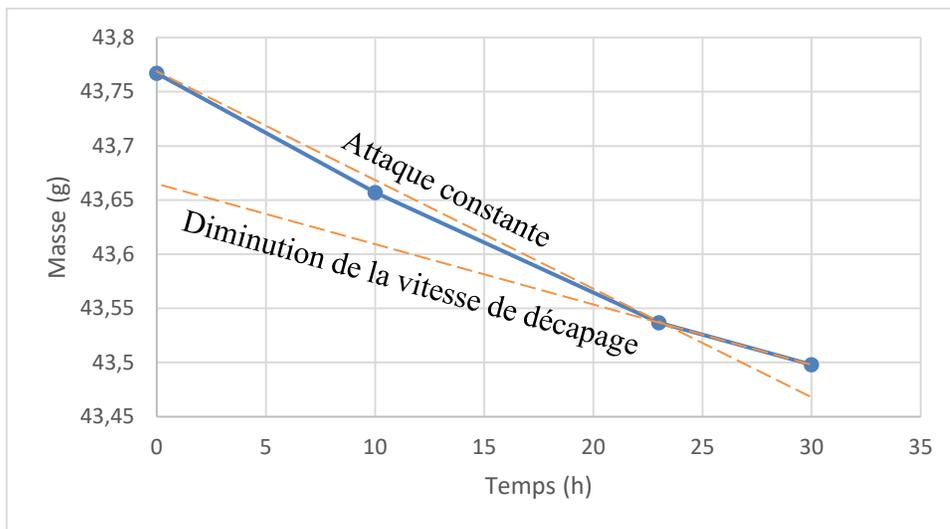


Figure 65. Masse mesurée d'une éprouvette de fatigue modèle U pendant le traitement chimiquement

## b) Modèle V

Le traitement chimique du modèle V a été fait dans un unique bain sur une période de 23 heures. Le suivi des concentrations est disponible figure 66. À partir de 16 heures de décapage, l'augmentation en fer dissous en deux heures n'est plus aussi importante qu'auparavant. Cela est une indication que moins de calamine est dissoute et que la fin du décapage approche.

La masse d'une éprouvette a été suivie. La différence mesurée finale vaut 282 mg, valeur proche de l'attendu de 300 mg. Le suivi de masse global indique une perte de masse moyenne de 324 mg (écart-type 45 mg) par rapport à l'état homogénéisé. La variation dimensionnelle associée est une diminution de 96  $\mu\text{m}$  (écart-type 46  $\mu\text{m}$ ) par rapport à l'état tel qu'imprimé sur la distance en fond d'entaille. Toutes les valeurs mesurées sont disponibles dans l'ANNEXE II. La perte de masse et la variation dimensionnelle en fond d'entaille sont plus importantes pour le modèle V que pour le modèle U, car le décapage a duré plus longtemps. La surface des entailles n'est pas non plus identique pour les deux modèles, ce qui engendre des variations. Enfin, la perte de masse dépend aussi de l'épaisseur initiale de la couche de calamine.

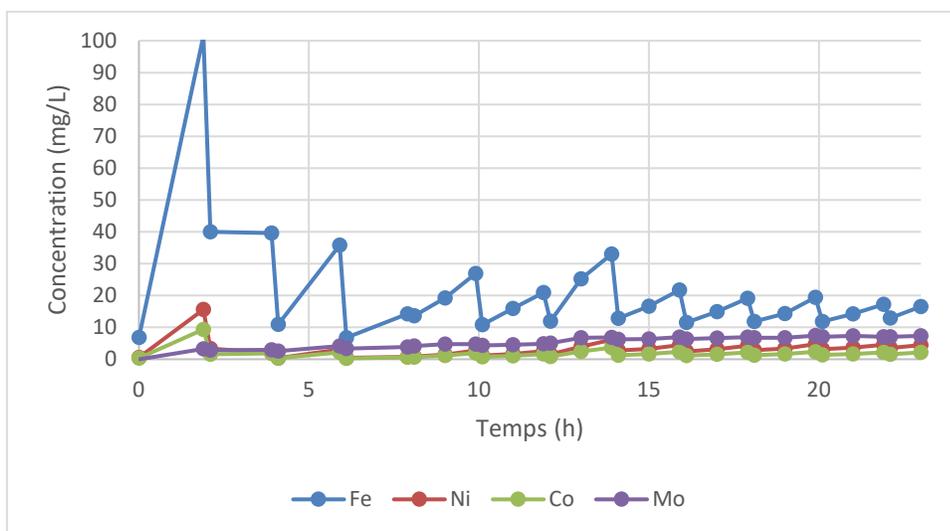


Figure 66. Suivi des concentrations au MP-AES pendant le décapage du modèle V

### 3.3.2.2 Macrographies

Les macrographies pré et post traitement sont disponibles figures 67 et 68. Les variations de surface après mise en solution solide proviennent d'un contact avec l'atmosphère plus important pour les surfaces entaillées (les éprouvettes étaient empilées lors du traitement). La couleur ocre provient des vapeurs d'acide pour la partie supérieure et d'un contact avec très peu d'acide pour les parties sous le téflon. Un séchage peu rapide peut également engendrer la formation de rouille. Plusieurs faciès sont obtenus sur les faces non entaillées, à cause d'une infiltration plus ou moins importante sous le téflon. Le traitement chimique des faces entaillées est uniforme.

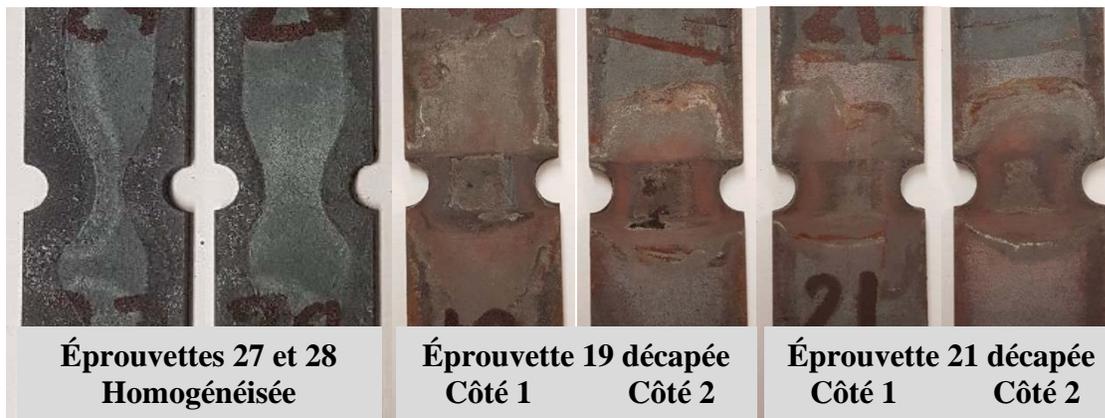


Figure 67. Macrographie de suivi du traitement chimique des éprouvettes de fatigue modèle U

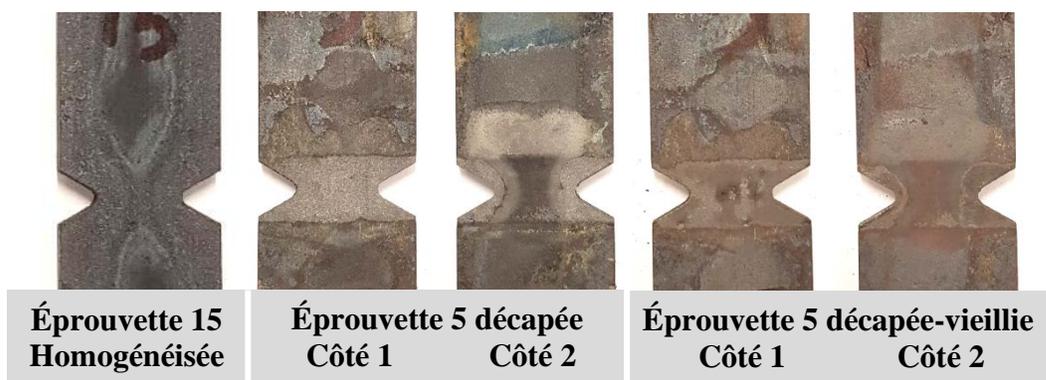


Figure 68. Macrographie de suivi du traitement chimique et thermique des éprouvettes de fatigue modèle V

Les macrographies plus précises des entailles des éprouvettes sont fournies dans la figure 69 et le tableau 23. Les entailles inférieures montrent la présence de calamine noircie après traitement chimique. Cela est dû à un décapage plus difficile lorsque l'état de surface initial est moins bon.



Figure 69. Macrographie des entailles après traitement chimique des éprouvettes de fatigue modèle U (face usinée à gauche et imprimée à droite)

Tableau 23

Macrographie des entailles des éprouvettes de fatigue modèle V

	Entaille supérieure	Entaille inférieure
Tel qu'imprimé		
Homogénéisé		
Traité chimiquement		
Vieilli		

### 3.3.2.3 Micrographies

Les micrographies des éprouvettes avant, après traitement chimique et après vieillissement sont disponibles figures 71 à 74. Deux micrographies sont effectuées à chaque fois : une en début et une en fond d'entaille (voir figure 70).

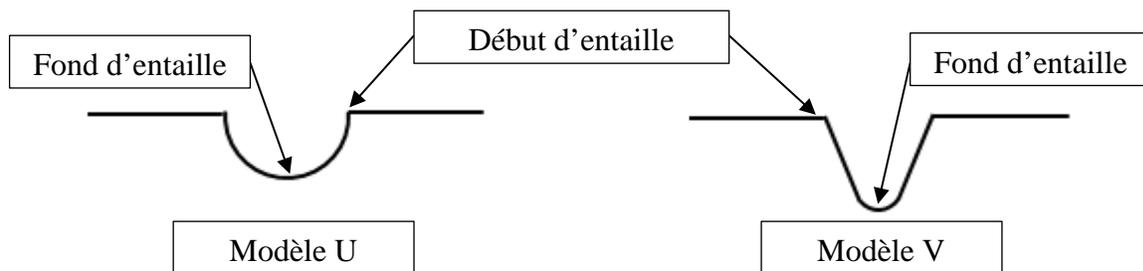


Figure 70. Emplacement des micrographies effectuées

#### a) *Modèle U*

Les micrographies figures 71 et 72 montrent que le traitement chimique a entièrement retiré la couche de calamine formée lors de la mise en solution solide, y compris les insertions de calamine. Toutefois, de la corrosion localisée s'est produite. Le vieillissement forme quant à lui une couche de calamine de quelques micromètres d'épaisseur qui n'impacte pas la morphologie de la surface. Ces observations sont communes aux entailles usinées et imprimées.

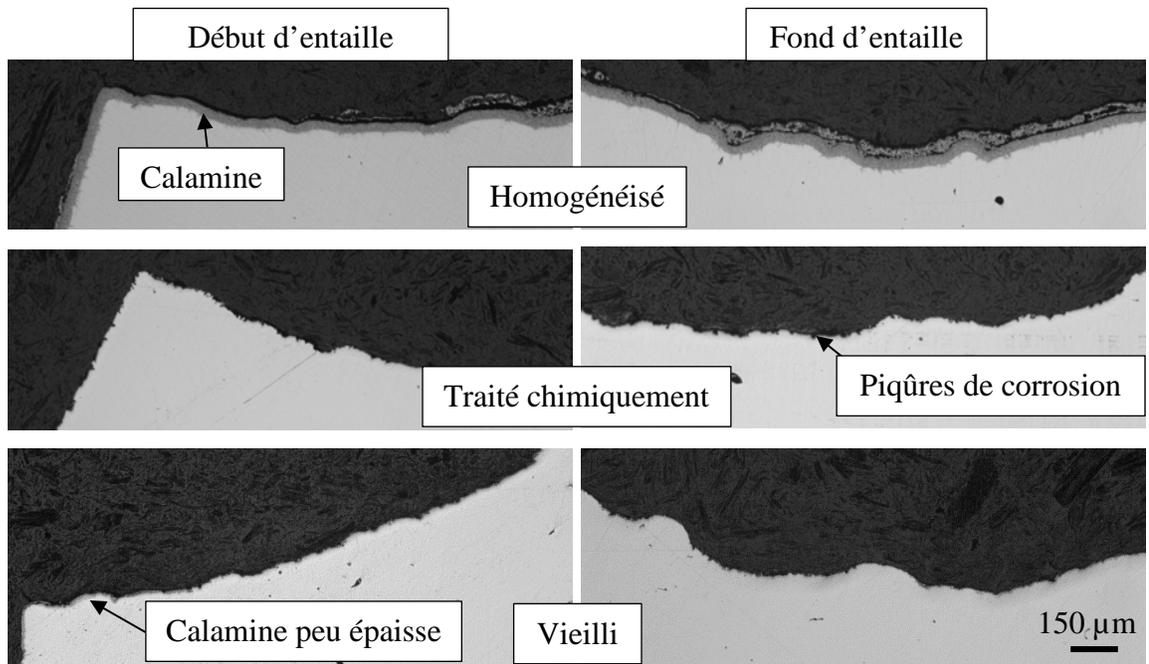


Figure 71. Micrographie de l'entaille imprimée d'éprouvettes de fatigue modèle U

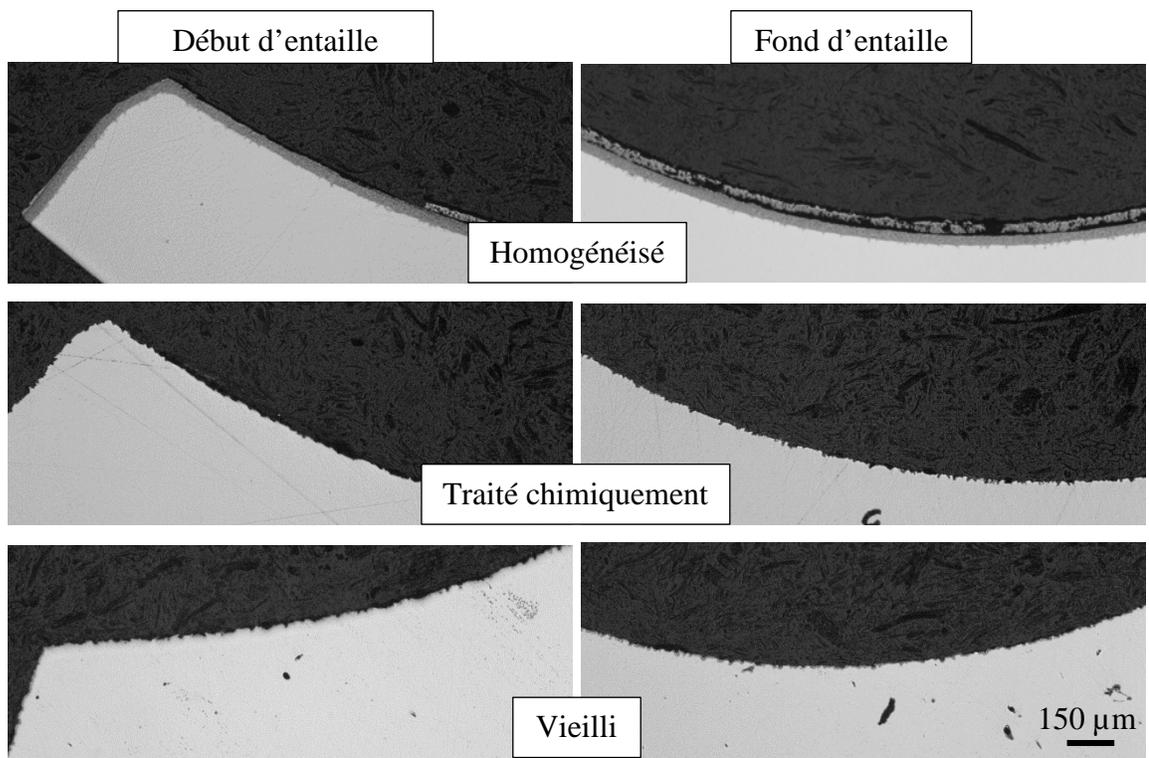


Figure 72. Micrographie de l'entaille usinée d'éprouvettes de fatigue modèle U

**b) Modèle V**

Les micrographies figures 73 et 74 montrent que les entailles supérieure et inférieure des éprouvettes de modèle V n'ont pas le même comportement face au traitement chimique. L'entaille supérieure (figure 73) réagit comme les entailles du modèle U. L'entaille inférieure (figure 74) présente une couche de calamine initiale bien plus importante. Cette couche n'est pas entièrement retirée par le traitement chimique, notamment dans les vallées. Comme précédemment, le vieillissement n'impacte pas la morphologie de la surface.

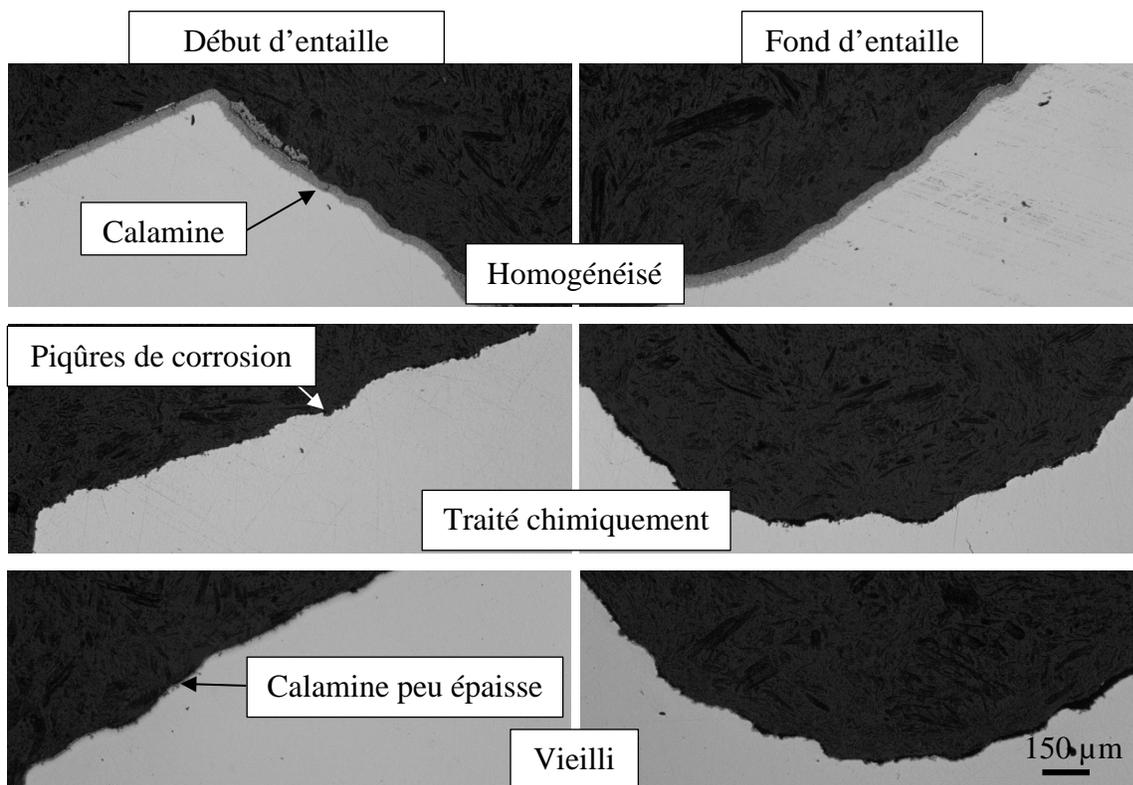


Figure 73. Micrographie de l'entaille supérieure d'éprouvettes de fatigue modèle V

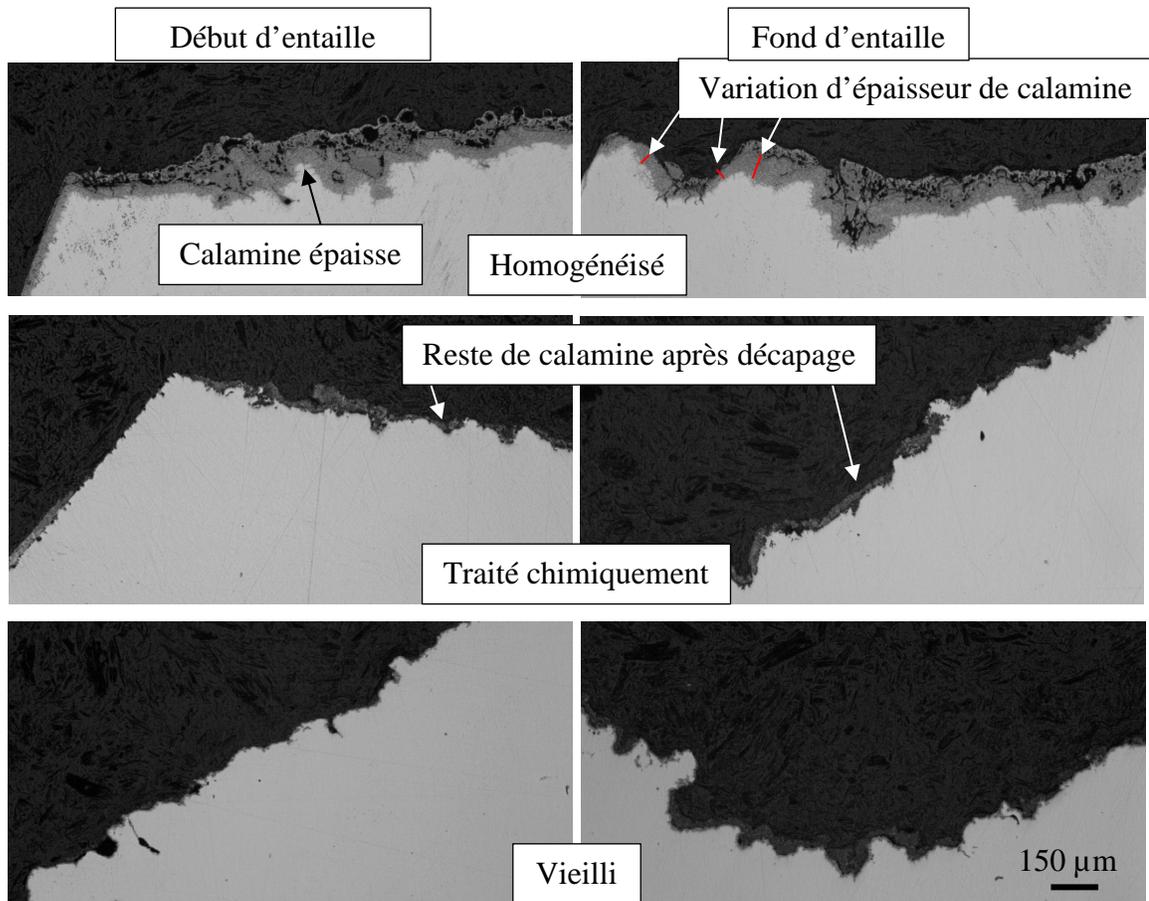


Figure 74. Micrographie de l'entaille inférieure d'éprouvettes de fatigue modèle V

### 3.3.3 Essais de traction

Le résumé des résultats des essais de traction est fourni dans le tableau 24. La résistance ultime  $R_u$  est calculée en divisant la charge ultime par la section initiale en fond d'entaille. Le pourcentage d'allongement à rupture est calculé à partir du déplacement du vérin hydraulique avec une longueur initiale de 50 mm. Les deux modèles d'éprouvettes n'ayant pas la même entaille et la même section initiale, ce pourcentage ne peut pas être comparé entre deux modèles. Les différentes courbes de chargement par rapport à l'élongation sont disponibles dans l'ANNEXE IV.

Pour les deux modèles, les éprouvettes traitées chimiquement possèdent une plus grande résistance ultime. Le modèle U gagne environ 100 MPa et le modèle V environ 140 MPa. Les allongements à rupture passent de 2,5 % à 2,8 % pour le modèle U et de 1,6 % à 1,7 % pour le modèle V. La variation de résistance ultime observée suit l'ordre chronologique des traitements thermiques effectués. Cette observation reste valide lorsqu'on prend en compte les essais de traction normalisés effectués (section 3.1.3 « Essais de traction »). Il est donc possible que le vieillissement des thermocouples entraîne un biais dans la température mesurée. La température indiquée serait alors plus importante que la température réelle. Il reste étonnant que la résistance ultime et l'allongement à rupture augmentent en même temps. En effet, habituellement une plus grande résistance est signe d'un allongement moins important.

Tableau 24

Résultats des essais de traction sur éprouvettes entaillées

Modèle U						
Essai	Éprouvette non traitée chimiquement			Éprouvette traitée chimiquement		
	TT DS*	R <sub>u</sub> (MPa)	A (%)	TT DS*	R <sub>u</sub> (MPa)	A (%)
1	1	1 737	2,4	4	1 869	2,9
2	1	1 781	2,5	4	1 806	2,7
3	2	1 728	2,4	4	1 884	3,0
4	2	1 750	2,5	3	1 847	2,8
5	1	1 783	2,5	4	1 868	2,8
6	2	1 755	2,5	3	1 849	2,8
<b>Moyenne</b>		<b>1 756</b>	<b>2,5</b>		<b>1 854</b>	<b>2,8</b>
Écart-type		23	0,1		27	0,1

\* TT DS : numéro de Traitement Thermique de Durcissement Structural

\***gras** : extremum

Modèle V						
Essai	Éprouvette non traitée chimiquement			Éprouvette traitée chimiquement		
	TT DS*	R <sub>u</sub> (MPa)	A (%)	TT DS*	R <sub>u</sub> (MPa)	A (%)
1	5	1 651	1,5	8	1 692	1,5
2	5	1 760	1,7	8	1 859	1,8
3	6	1 659	1,5	7	1 821	1,8
4	5	1 706	1,6	8	1 832	1,8
5	5	1 622	1,5	7	1 796	1,7
6	6	1 618	1,5	8	1 865	1,8
<b>Moyenne</b>		<b>1 669</b>	<b>1,6</b>		<b>1 811</b>	<b>1,7</b>
Écart-type		55	0,1		63	0,1

\* TT DS : numéro de Traitement Thermique de Durcissement Structural

\***gras** : extremum

Comme le montre les résistances ultimes dans le tableau 25, les durcissements structuraux sont homogènes pour chaque catégorie d'éprouvettes : modèle U ou V et traité chimiquement ou non. Les durcissements structuraux numéro 5 et 6 présentent entre eux une plus grande variation que les autres.

Tableau 25  
Résultats des durcissements structuraux

Modèle d'éprouvette	U				V			
	Non		Oui		Non		Oui	
Durcissement structural	1	2	3	4	5	6	7	8
Résistance ultime (MPa)	1 767	1 753	1 848	1 857	1 685	1 639	1 809	1 812

### 3.3.4 Essais de fatigue

La contrainte retenue pour l'analyse des essais de fatigue est la contrainte nominale  $\sigma = F/A$  avec  $F$  la force appliquée et  $A$  la section initiale en fond d'entaille. Ainsi les facteurs de concentration de contrainte ou de réduction de la durée de vie en fatigue ne sont pas pris en compte dans les contraintes explicitées. Les figures 75 et 76 présentent les points des essais de fatigue sur les éprouvettes modèle U et modèle V. Les éprouvettes non rompues ayant servi à déterminer le niveau de contrainte initiale de la méthode de l'escalier ne sont pas affichées. L'intégralité des points peut être retrouvée en ANNEXE V.

Pour les deux modèles, le traitement chimique n'affecte pas grandement le comportement en endurance limitée. La limite d'endurance illimitée est légèrement supérieure pour les éprouvettes traitées, avec une plus grande augmentation pour le modèle U.

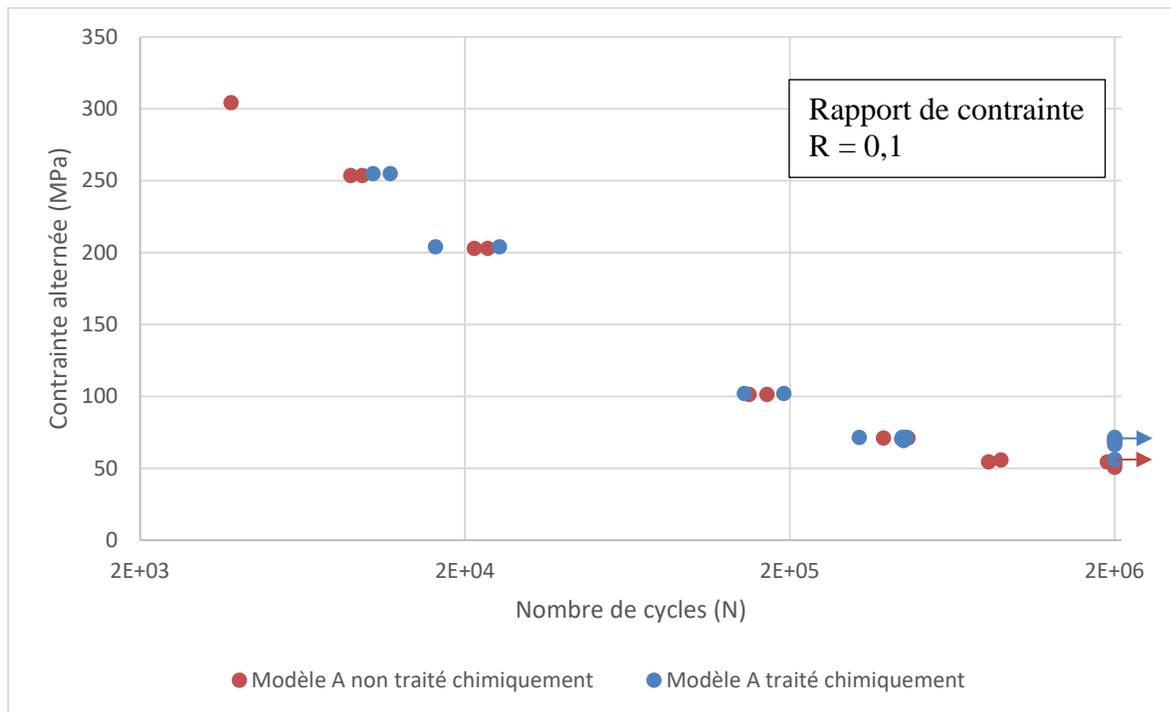


Figure 75. Points des essais pour le modèle U

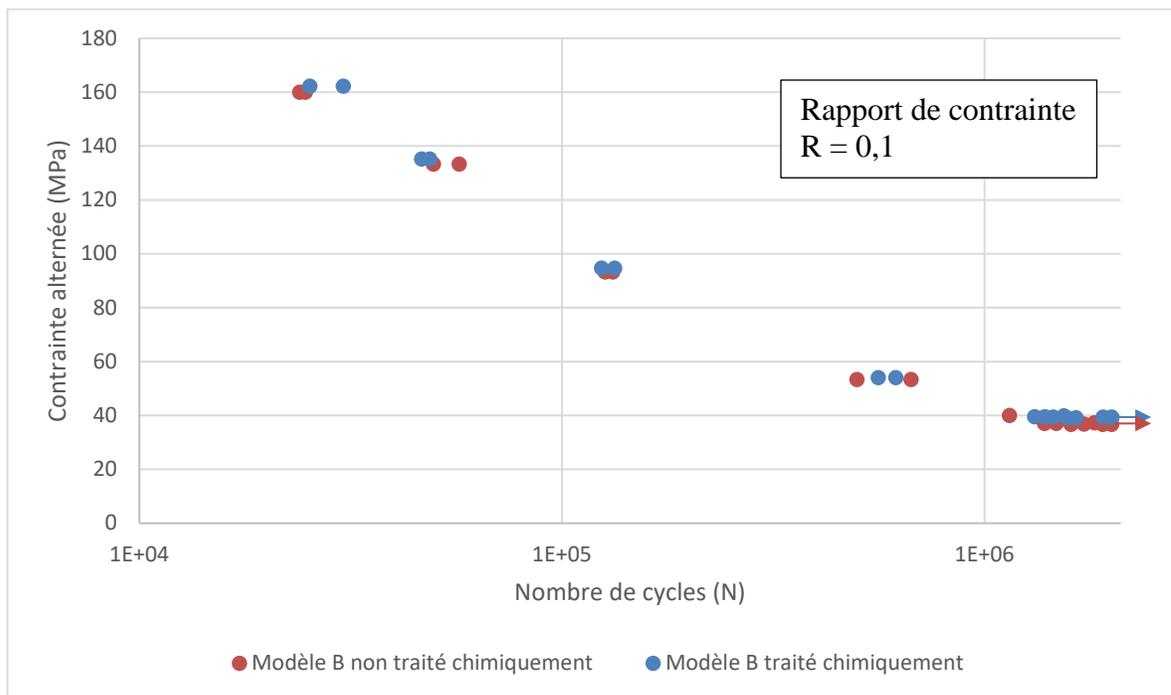


Figure 76. Points des essais pour le modèle V

### 3.3.4.1 Domaine d'endurance limitée

Dans le domaine d'endurance limitée, à partir de la norme ISO 12107 : 2003, les droites moyennes sont tracées pour les modèles U et V traités chimiquement ou non. Les figures 77 et 78 présentent ces droites. Un test de précision de la relation linéaire calculée par rapport aux points expérimentaux est effectué avec la loi de Snedecor à 95 % de confiance. Il en ressort que les modèles U non traité chimiquement et V traité ne sont pas dans cet intervalle de confiance.

Pour les modèles U et V, les droites moyennes sont presque superposées. Graphiquement, le traitement chimique ne présente pas d'avantage concernant la durée de vie en endurance limitée.

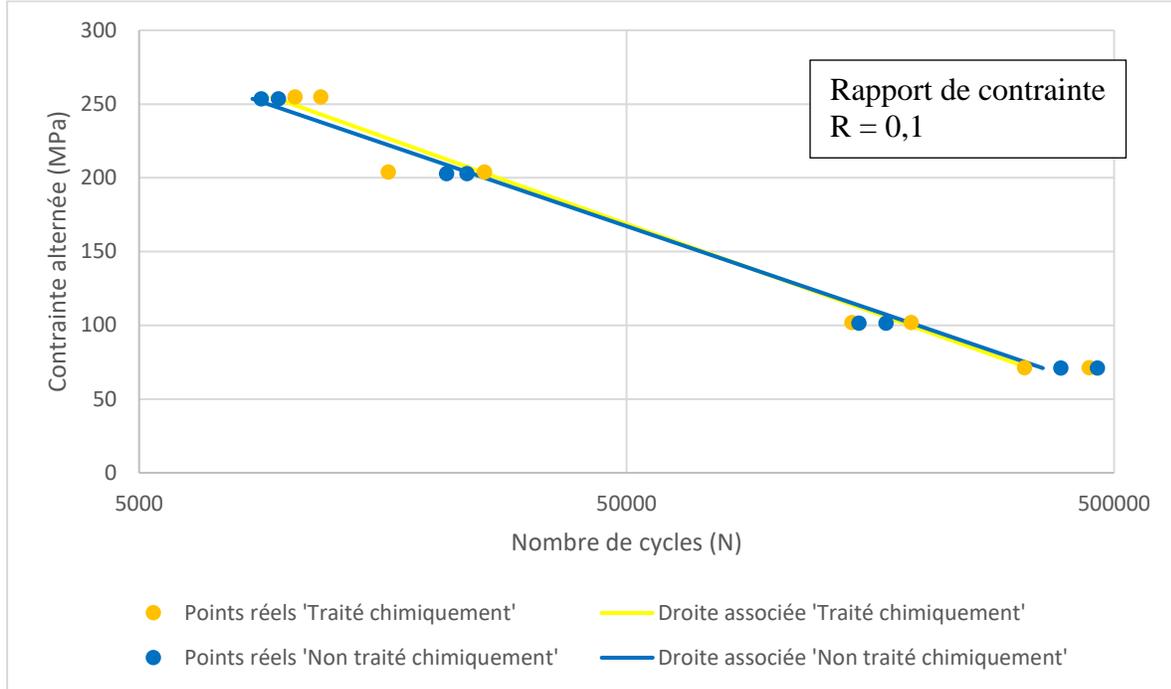


Figure 77. Courbes d'endurance limitée pour le modèle U

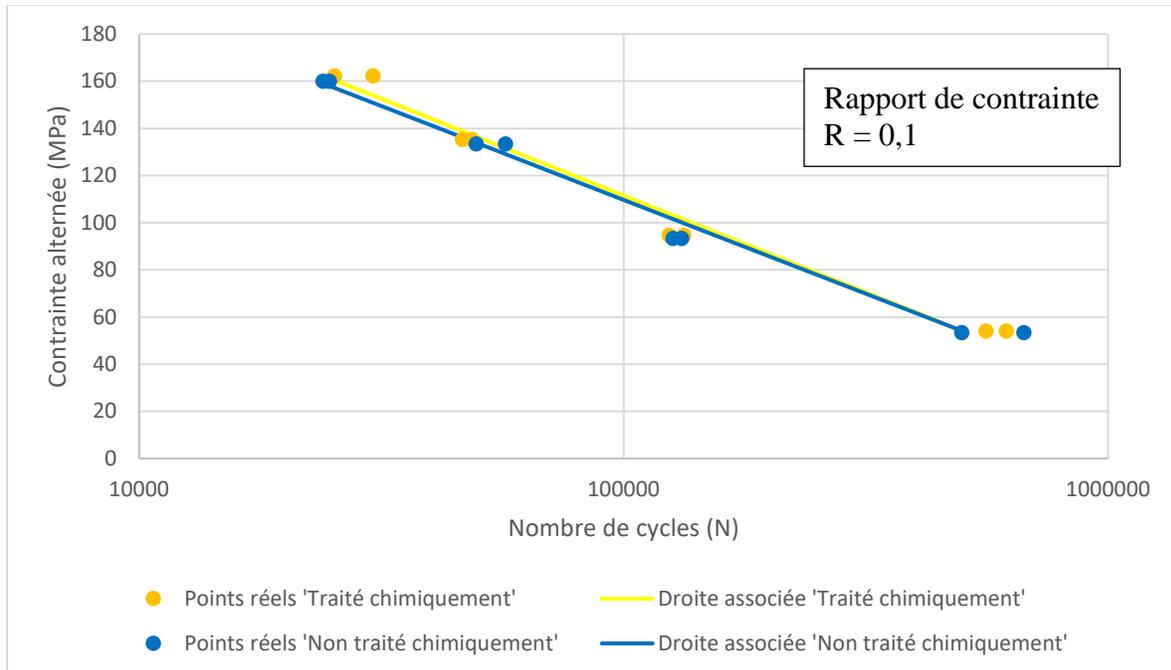


Figure 78. Courbes d'endurance limitée pour le modèle V

Les équations des droites moyennes sont de la forme suivante :

$$\log(N) = \text{Alpha} + \text{Beta} * S \text{ avec } \begin{cases} N \text{ nombre de cycles} \\ S \text{ contrainte alternée (MPa)} \end{cases} \quad (4)$$

La valeur des coefficients Alpha et Beta est fournie dans le tableau 26. On y remarque une différence dans les facteurs Alpha de 1,0 % pour le modèle U et de 0,3 % pour le modèle V. En revanche, la pente de la droite moyenne, représentée par le facteur Beta, diminue de 5,1 % pour le modèle U et de 3,1 % pour le modèle V, entre les éprouvettes traitées chimiquement ou non. Les éprouvettes traitées ont donc une durée de vie en fatigue qui diminue moins rapidement que les éprouvettes non traitées quand la contrainte augmente.

Tableau 26

Coefficients des équations des droites moyennes en endurance limitée à R = 0,1

Modèle d'éprouvette	U		V	
	Non	Oui	Non	Oui
Traitement chimique				
Alpha	3,092	3,062	3,190	3,180
1000 * Beta	-2,220	-2,112	-3,143	-3,048

### 3.3.4.2 Domaine d'endurance illimitée

Les limites d'endurance ont été estimées à l'aide de la méthode de l'escalier développée dans la norme ISO 12107 : 2003 utilisée. Les résultats obtenus sont fournis dans le tableau 27. Les méthodes de l'escalier ayant permis l'obtention des résultats suivants sont disponibles en ANNEXE V.

Pour les deux modèles, la limite d'endurance illimitée est plus importante dans le cas des éprouvettes traitées chimiquement. Le gain vaut environ 16 MPa pour le modèle U et

3 MPa pour le modèle V. Toutefois, la condition de validité énoncée dans la norme et tirée des travaux de Dixon et Mood n'est respectée qu'une seule fois. Selon la norme A 03-405, qui utilise le même modèle mathématique que la norme ISO 12107 : 2003, les valeurs d'écart-types calculées sont sous-estimées lorsque la condition de validité n'est pas respectée. Dans notre étude, l'écart-type maximal théorique à l'issue de l'application de la méthode de l'escalier, soit l'écart-type maximal de la limite d'endurance, est égal à la déviation standard estimée de la contrainte (norme ISO 12107 : 2003).

Tableau 27

Estimation des limites d'endurance à  $R = 0,1$

	Estimation de la limite d'endurance $\sigma_D$	Estimation de l'écart-type $\sigma$	Condition de validité ( $> 0,3$ )	Déviations standard estimée de la contrainte
U non traité chimiquement	54,31 MPa	0,52 MPa	0,22	8,49 MPa
U traité chimiquement	69,84 MPa	1,15 MPa	0,67	13,31 MPa
V non traité chimiquement	36,64 MPa	0,07 MPa	0,22	6,14 MPa
V traité chimiquement	39,41 MPa	0,07 MPa	0,22	6,92 MPa

Toutefois, étant donné que les pas des méthodes de l'escalier pour le modèle U non traité et traité chimiquement sont proches (respectivement 1,5 MPa – 125 N et 1,0 MPa – 100 N) et que le nombre d'éprouvettes utilisé dans les deux méthodes est identique, on estime que l'écart-type du modèle U non traité est de l'ordre de grandeur de celui du modèle traité (qui respecte la condition de validité), soit 1,15 MPa.

Pour le modèle V, qui a utilisé un pas de 0,2 MPa – 12,5 N et qui n'a montré que trois niveaux de contraintes dans la méthode de l'escalier à 7 éprouvettes, on peut effectivement admettre que l'écart-type estimé de 0,07 MPa est sous-évalué. En revanche, on peut estimer

qu'il est plus proche de 1,15 MPa que des 6,14 MPa et 6,92 MPa des déviations standards estimées de la contrainte.

#### 3.3.4.3 Faciès de ruptures

L'observation des images vidéo lors de la rupture et des faciès de rupture permet de catégoriser trois types de ruptures. Le tableau 28 récapitule le nombre d'éprouvettes rompues pour chaque type de rupture. Les trois types de ruptures sont :

- Type I : la rupture est due à une fissure provenant de l'entaille avec le moins bon état de surface.
  - o Type Ia : rupture de type I avec présence d'un début de fissuration sur l'autre entaille. Lorsque la première fissure la rejoint, une rupture brutale avec arrachement de matière se produit. Cet arrachement est proche de l'entaille avec le meilleur état de surface.
- Type II : la rupture est due à une fissure provenant de l'entaille avec le meilleur état de surface.
- Type III : la rupture est due à des fissures amorcées sur chaque entaille, qui se rejoignent au centre de l'éprouvette.

Des macrographies des trois types de ruptures sont présentées dans la figure 79. Le tableau 28 indique que la grande majorité des ruptures est due à une fissure initiée sur l'entaille avec le moins bon état de surface, pour les deux modèles d'éprouvettes chimiquement traitées ou non. Les ruptures types II et III n'apparaissent pas préférentiellement à un nombre de cycles donné.

Tableau 28

Recensement des types de ruptures

	Type I	Type II	Type III
Modèle U non traité chimiquement	9	1	1
Modèle U traité chimiquement	9	1	1
Modèle V non traité chimiquement	10 dont 5 a	1	3
Modèle V traité chimiquement	11 dont 1 a	1	2

Les zones claires sont le signe d'une rupture en fatigue (propagation lente de la fissure) et les zones plus foncées sont le signe d'une rupture brutale. La zone de rupture brutale a été entourée pour le type III.

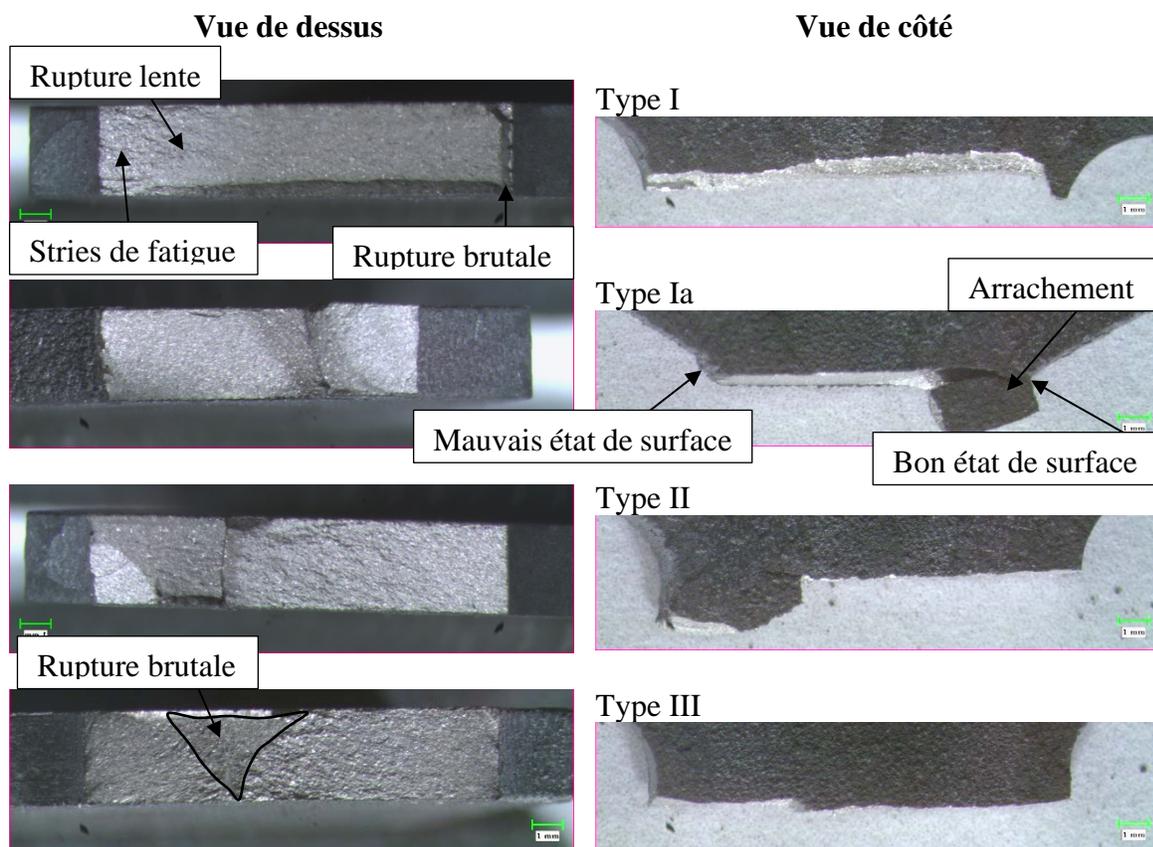


Figure 79. Types de ruptures rencontrées (échelle 1 mm)

### 3.4 ÉTUDE EXPLORATOIRE ÉLECTROCHIMIQUE

Cette partie présente les données extraites des courbes en circuit ouvert (présentes en ANNEXE VI) et des courbes de Tafel (présentes en ANNEXE VII) pour les cinq cas d'étude. Les potentiels sont donnés par rapport à une électrode normale à hydrogène (ENH). La concentration en fer dissous est mesurée au MP-AES. Les cinq cas sont :

- 1) Le décapage dans le bain acide à 1515 mg/L de fer dissous (tableau 29).

Le polissage lent dans le bain acide à 1515 mg/L de fer dissous (

- 2) tableau 30).
- 3) Le polissage rapide avec apparition de piqûres de corrosion à 3 030 mg/L de fer dissous (tableau 31).
- 4) Le polissage avec inhibiteur de corrosion à 80 mg/L de fer dissous (tableau 32).
- 5) Le polissage avec saturation en inhibiteur de corrosion (maintien à 0 mg/L de fer dissous) (tableau 33).

#### 3.4.1 Étude du potentiel en circuit ouvert

Les courbes en circuit ouvert (ANNEXE VI) montrent que le cas 1) est reproductible, sauf pour une courbe (« Brut 2a ») qui possède un potentiel en circuit ouvert après 10 minutes ( $E_{co}$ ) inférieur d'environ 10 mV à la courbe la plus proche. Le cas 2) est aussi reproductible sauf pour deux courbes (« Brut 1a » et « Brut 2a ») qui ont des  $E_{co}$  supérieurs de 7,5 mV et 10 mV à la courbe la plus proche. Le cas 3) est reproductible pour les faces usinées, mais présente un comportement avec de grandes variations pour les faces brutes. Habituellement, de petites fluctuations sur une courbe sont des signes de la formation ou de la rupture d'une couche de passivation. Dans notre cas, les variations sont rapides et grandement différentes pour chaque courbe. Elles sont assimilées à une erreur dans l'expérimentation qui fausse nos

résultats. Les courbes « Brut 1a » et « Brut 1 b » restent ressemblantes, avec peu de fluctuations et convergent vers des valeurs d' $E_{co}$  proches. Les cas 4) et 5) sont reproductibles, avec une très grande similarité des courbes.

Le point de départ ( $E_i$  potentiel à l'immersion) varie en fonction du temps de trempage de la pièce, de l'agitation du bain lors de la manipulation de la cellule électrochimique et de la légère oxydation ou passivation des pièces avant expérimentation.

Les moyennes des potentiels en circuit ouvert permettent d'établir un classement des bains par ordre d'agressivité sur le matériau. Les essais considérés comme non reproductibles ne sont pas pris en compte. L'ordre établi est présenté dans le tableau 34. Un potentiel plus élevé est signe d'une énergie libre de Gibbs plus basse selon l'équation (5). Or un système cherche à évoluer vers son état d'équilibre de façon à diminuer son enthalpie libre. Dans notre cas, la mesure du potentiel nous informe sur la faisabilité de la réaction. En première approche, on considère qu'un potentiel plus élevé est signe d'un matériau plus résistant et donc ici d'une moins grande agressivité du bain.

$$\Delta_r G = -nF\Delta E \text{ avec } \begin{cases} \Delta_r G \text{ énergie libre de Gibbs (J)} \\ n \text{ nombre de moles d'électrons dans la réaction} \\ F \text{ constante de Faraday (C/mol)} \\ \Delta E \text{ différence de potentiel mesurée (V)} \end{cases} \quad (5)$$

Tableau 29

Résultats de l'étude électrochimique : décapage

Calamine	État de surface	$E_i$ (mV)	$E_{co}$ (mV)	$\beta_a$ (mV/decade)	$\beta_c$ (mV/decade)	$R_p$ ( $\Omega$ )	$I_{corr}$ (mA/cm <sup>2</sup> )
Oui	Brut	- 503	- 502	24	- 33	18	0,34
		- 536	- 508				
		erreur		17	- 28	15	0,31
		- 523	- 517				
	Usiné	- 507	- 506	18	- 32	25	0,20
		- 496	- 503				
		- 499	- 507	21	- 31	28	0,19
		- 496	- 507				

 $E_i$  : Potentiel à l'immersion $E_{co}$  : Potentiel en circuit ouvert (après 10 minutes d'immersion) $\beta_a$  : Pente anodique $\beta_c$  : Pente cathodique $R_p$  : Résistance à la polarisation $I_{corr}$  : Courant de corrosion

Tableau 30

Résultats de l'étude électrochimique : polissage lent

Calamine	État de surface	$E_i$ (mV)	$E_{co}$ (mV)	$\beta_a$ (mV/decade)	$\beta_c$ (mV/decade)	$R_p$ ( $\Omega$ )	$I_{corr}$ (mA/cm <sup>2</sup> )
Non	Brut	- 529	- 499	40	- 36	24	0,34
		- 495	- 503				
		- 506	- 514	23	- 27	25	0,22
		- 500	- 511				
	Usiné	- 507	- 506	20	- 31	35	0,15
		- 482	- 515				
		- 482	- 515	20	- 26	29	0,17
		- 485	- 515				

Tableau 31

Résultats de l'étude électrochimique : polissage rapide avec piqûres de corrosion

Calamine	État de surface	E <sub>i</sub> (mV)	E <sub>co</sub> (mV)	β <sub>a</sub> (mV/decade)	β <sub>c</sub> (mV/decade)	R <sub>p</sub> (Ω)	I <sub>corr</sub> (mA/cm <sup>2</sup> )
Non	Brut	- 588	- 492	20	- 21	35	0,13
		- 512	- 532				
		- 428	- 540	25	- 37	40	0,16
		- 547	- 495				
	Usiné	- 478	- 488	10	- 31	47	0,07
		- 479	- 487				
		- 478	- 489	10	- 30	51	0,06
		- 479	- 487				

Tableau 32

Résultats de l'étude électrochimique : polissage à 80 mg/L de fer dissous

Calamine	État de surface	E <sub>i</sub> (mV)	E <sub>co</sub> (mV)	β <sub>a</sub> (mV/decade)	β <sub>c</sub> (mV/decade)	R <sub>p</sub> (Ω)	I <sub>corr</sub> (mA/cm <sup>2</sup> )
Non	Brut	- 582	- 540	19	- 21	148	0,03
		- 542	- 538				
		- 543	- 543	26	- 34	147	0,04
		- 542	- 539				
	Usiné	- 539	- 539	22	- 12	228	0,01
		- 550	- 543				
		- 543	- 545	15	- 21	180	0,02
		- 545	- 539				

Tableau 33

Résultats de l'étude électrochimique : polissage avec maintien à 0 mg/L de fer dissous

Calamine	État de surface	E <sub>i</sub> (mV)	E <sub>co</sub> (mV)	β <sub>a</sub> (mV/decade)	β <sub>c</sub> (mV/decade)	R <sub>p</sub> (Ω)	I <sub>corr</sub> (mA/cm <sup>2</sup> )
Non	Brut	- 568	- 547	21	- 23	52	0,09
		- 554	- 546				
		- 554	- 545	24	- 23	58	0,09
		- 550	- 544				
	Usiné	- 567	- 547	16	- 19	54	0,07
		- 553	- 547				
		- 558	- 547	25	- 26	67	0,08
		- 551	- 548				

Tableau 34

Classement par ordre d'agressivité des bains selon le potentiel en circuit ouvert

Classement du moins agressif au plus agressif	Cas	$E_{co}$ (mV vs ENH)
1	3) Polissage rapide	- 488
2	1) Décapage	- 507
3	2) Polissage lent sans inhibiteur	- 513
4	4) Polissage avec inhibiteur	- 541
5	5) Polissage avec saturation en inhibiteur	- 546

On remarque que concernant les différents polissages, l'ordre inverse aurait été attendu : le polissage rapide aurait logiquement été le bain le plus agressif et le polissage saturé en inhibiteur le bain le moins agressif. L'approche de la mesure du potentiel en circuit ouvert n'est donc pas appropriée pour qualifier l'agressivité : la vitesse d'attaque du bain. Cela n'est pas surprenant car le déplacement du potentiel de corrosion d'un métal vers des valeurs plus nobles, plus positives, n'est pas toujours corrélé avec l'augmentation de la résistance à la corrosion.

### 3.4.2 Étude des résistances à la polarisation et courants de corrosion

Les courbes de Tafel (ANNEXE VII) du cas 1) Décapage sont répétables. Trois des quatre courbes ont un plateau de passivation qui se finit par une augmentation rapide du courant. C'est signe qu'il y a eu rupture du film de passivation et que des piqûres de corrosion apparaissent. Les courbes du cas 2) Polissage lent sans inhibiteur sont également répétables et ne montrent pas de caractéristiques particulières. Les courbes du cas 3) Polissage rapide présentent plus de variation, notamment entre les courbes des états de surface brut et usiné. Les deux courbes d'état de surface brut montrent des signes de piqûres de corrosion, toutefois, il peut aussi s'agir de la même erreur expérimentale qui a touché les mesures de potentiel en circuit ouvert. La validité de ces courbes est donc incertaine. Les courbes des cas 4) Polissage avec inhibiteur et 5) Polissage avec saturation en inhibiteur sont répétables et ne montrent aucune caractéristique particulière.

À l'aide des mesures effectuées, on peut établir un classement par ordre de résistance à la corrosion avec les résistances à la polarisation et les courants de corrosion. Le tableau 35 présente ce classement. Une plus grande résistance à la corrosion est caractérisée par une résistance à la polarisation plus grande et donc un courant de corrosion plus faible. Elle est signe d'une propension à la dissolution moins active. Toutes les valeurs sont prises en compte dans le calcul des moyennes. Lorsque la résistance à la polarisation et le courant de corrosion sont en contradiction, la résistance à la polarisation prime.

Cette fois, on remarque que l'ordre est beaucoup moins surprenant et que l'inhibiteur de corrosion diminue bien l'agressivité du bain donc augmente la résistance de l'acier. Le polissage rapide reste indiqué plus résistant que le polissage lent. Les piqûres de corrosion ne sont donc pas détectées avec ces mesures. On remarque aussi que l'état de surface imprimé est plus résistant que l'état de surface brut.

Tableau 35  
Classement par ordre de résistance à la corrosion

<b>Classement du plus résistant au moins résistant</b>	<b>Cas</b>	<b>R<sub>p</sub> (Ω)</b>	<b>I<sub>corr</sub> (mA/cm<sup>2</sup>)</b>
1	4) Polissage avec inhibiteur : Usiné	204	0,02
2	4) Polissage avec inhibiteur : Brut	148	0,04
3	5) Polissage avec saturation en inhibiteur : Usiné	59	0,08
4	5) Polissage avec saturation en inhibiteur : Brut	55	0,09
5	3) Polissage rapide : Usiné	49	0,07
6	3) Polissage rapide : Brut	38	0,15
7	2) Polissage lent sans inhibiteur : Usiné	32	0,16
8	1) Décapage : Usiné	26,5	0,20
9	2) Polissage lent sans inhibiteur : Brut	25	0,28
10	1) Décapage : Brut	16,5	0,33

## **CHAPITRE 4**

### **ANALYSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION**

Ce chapitre a pour objectif de reprendre les résultats précédemment présentés, de les analyser et de les discuter par rapport à la littérature. Dans la première section, l'objectif est de caractériser le traitement chimique afin de permettre sa meilleure compréhension lors d'usages futurs. Il est à noter que le traitement chimique effectué peut être considéré comme un décapage améliorant légèrement l'état de surface. Le polissage n'a quant à lui pas été mis en œuvre de manière probante : il a été soit inefficace soit efficace, mais en engendrant des piqûres de corrosion. La deuxième section développe les résultats issus de l'étude exploratoire électrochimique, afin de déterminer si la voltampérométrie linéaire peut être utilisée pour l'amélioration du traitement chimique. La troisième section analyse les impacts du traitement thermique choisi sur les propriétés structurales et mécaniques de l'acier maraging. Enfin, la quatrième section examine le traitement chimique effectué sur les éprouvettes entaillées et son impact sur les caractéristiques mécaniques des pièces, afin de répondre à la problématique.

#### **4.1 CARACTÉRISATION DU TRAITEMENT CHIMIQUE**

Le décapage, le polissage puis la combinaison des deux sont ici analysés. Le décapage avec et sans inhibiteur de corrosion est traité. Le polissage est uniquement étudié dans le cas sans inhibiteur de corrosion, cas où il n'a pas montré de gain d'état de surface acceptable. La combinaison est analysée pour les cas avec et sans inhibiteur. Enfin, les impacts de l'inhibiteur sur la composition du bain sont étudiés.

## 4.1.1 Décapage

### 4.1.1.1 Décapage sans inhibiteur de corrosion

Le suivi de masse du décapage sans inhibiteur de corrosion figure 45 indique une vitesse d'attaque constante de 135 mg/h pour un échantillon de surface 1 586 mm<sup>2</sup> théorique. Si on considère que la calamine et l'acier maraging sont denses à 100 % et ont une masse volumique de 8 g/cm<sup>3</sup>, une épaisseur de 1 mm sur l'éprouvette pèse environ 1586 mm<sup>2</sup> \* 1 mm \* 8 mg/mm<sup>3</sup> = 12 688 mg. Avec l'équation suivante, on détermine que la vitesse d'attaque de 135 mg/h correspond à une profondeur d'attaque de 10,6 µm/h.

$$p = v * \frac{1\ 000}{12\ 688} \text{ avec } \begin{cases} p \text{ profondeur d'attaque } (\mu\text{m/h}) \\ v \text{ vitesse d'attaque (mg/h)} \end{cases} \quad (6)$$

Une vitesse non nulle indique que la couche de durcissement structural du MS1 dans le bain acide sélectionné ne demande pas l'activation de surface décrite par Depétris-Wéry (2019). Aucune saturation du bain en fer dissous n'est apparue, car la réaction n'a pas été bloquée (Depétris-Wéry, 2019). Le suivi du bain acide a permis de mettre en évidence le respect du modèle de Baud et Ferrier (1978), avec la présence de bulles d'hydrogènes et la desquamation de la couche de calamine. Les écailles détachées sont d'ailleurs attirées par le barreau aimanté chargé de l'agitation du bain.

Le tableau 18 montre que visuellement, le décapage de l'éprouvette β45-135° est effectué sur la face supérieure à 45° à partir de 9 h de traitement et à partir de 12 h de traitement pour la face inférieure à 135°. La couche noire formée lors du décapage (figure 44) et les taches restantes sur la face β135° après 6 heures de décapage montrent l'importance du rinçage afin d'obtenir un faciès gris clair métallisé. L'impact de cette couche noire sur la vitesse de décapage n'a pas été étudié. La présence de cette couche pourrait justifier l'utilisation des procédés de blanchiment évoqués par Depétris-Wéry (2019). Selon cette même source, il aurait tout de fois été attendu du décapage chlorhydrique un faciès gris clair

métallisé sans rinçage. Les études d'un décapage plus long ou avec une plus grande agitation du bain seraient à effectuer afin de vérifier si la couche noire disparaît sans rinçage périodique.

De cette étude, on peut conclure sur deux points :

- La vitesse d'attaque de la calamine par le bain acide est constante tant que le bain n'est pas saturé en fer dissous.
- Le temps de décapage dépend de l'état de surface initial : plus l'état de surface initial est mauvais, plus le temps de traitement est long.

Toutefois, avec l'équation précédente (équation (6)) et une attaque de 135 mg/h, un temps de décapage de 9 à 12 heures correspond à une profondeur d'attaque de 95 à 127  $\mu\text{m}$  alors que la couche de calamine possède une épaisseur mesurée de 20 à 30  $\mu\text{m}$ . Plusieurs hypothèses peuvent expliquer, au moins partiellement, une telle différence :

- La calamine est légèrement plus lourde que l'acier (ajout d'oxygène dans la couche superficielle de l'acier pour former les oxydes) donc l'épaisseur attaquée évaluée est surestimée. Cependant, la différence de masse moyenne mesurée avant et après mise en solution solide est équivalente à une couche de 5,6  $\mu\text{m}$  pour le modèle U d'éprouvette entaillée et 9,3  $\mu\text{m}$  pour le modèle V. Cette différence ne peut pas expliquer à elle seule un passage de 20  $\mu\text{m}$  à 88  $\mu\text{m}$  d'attaque.
- Sur une surface avec un mauvais état de surface, la profondeur d'insertion de la calamine est plus importante (voir figure 47). Ainsi, lorsque toute la calamine est éliminée, la profondeur réelle d'acier dissous est plus importante.
- Sur une surface avec un mauvais état de surface, il y a une forte présence de particules coalescentes. Ces particules présentent beaucoup de surface à attaquer et sont

rapidement éliminées. Ainsi la profondeur d'attaque estimée peut être surévaluée lors de l'élimination de la couche superficielle de la pièce.

- Une fois la couche de calamine dissoute en un point, si le traitement continue (car la couche n'est pas totalement éliminée ailleurs), l'acier commence à se faire attaquer. Ainsi en certains points, la couche de calamine et une couche d'acier sont éliminées.

#### 4.1.1.2 Décapage avec inhibiteur de corrosion

Le suivi de masse du décapage avec inhibiteur de corrosion figure 46 indique que les vitesses d'attaque sont constantes pour chaque éprouvette et valent 153 mg/h, 154 mg/h et 103 mg/h. La surface théorique des éprouvettes mesure 1 586 mm<sup>2</sup>. Avec les considérations précédentes, cela revient à une profondeur d'attaque de 12,0 µm/h et de 8,1 µm/h. Pour les trois éprouvettes testées, la vitesse d'attaque est différente de celle du cas sans inhibiteur de corrosion. Cela est dû à une surface initiale différente. En effet, le post-traitement des éprouvettes est effectué à la main et celles-ci peuvent présenter des variations dimensionnelles. Ici, les éprouvettes testées pèsent 16,39 g, 16,29 g et 13,61 g alors que l'éprouvette précédemment décapée pesait 15,60 g. Aucune saturation du bain en fer dissous n'est apparue, car la réaction n'a pas été bloquée. À partir de 10 heures, la vitesse d'attaque diminue, car la couche de calamine est quasi intégralement éliminée.

Les micrographies figure 47 nous montre que le décapage des éprouvettes  $\alpha 0^\circ$  et  $\beta 45-135^\circ$  est effectué à partir de 8 h de traitement pour les faces à  $0^\circ$  et  $45^\circ$  et à partir de 10 h de traitement pour la face à  $135^\circ$ . Il reste toutefois de la calamine incrustée dans les vallées les plus profondes de l'éprouvette  $\beta 135^\circ$ . De plus, des piqûres de corrosion potentielles sont présentes sur les éprouvettes  $\alpha 0^\circ$  et  $\beta 45^\circ$  en fin de décapage (voir figure 48).

De cette étude, on peut conclure sur trois points :

- Avec ou sans inhibiteur de corrosion, la vitesse d'attaque de la calamine par le bain est constante tant que le bain n'est pas saturé en fer dissous.
- Avec ou sans inhibiteur de corrosion, le temps de décapage dépend de l'état de surface initial : plus l'état de surface initial est mauvais, plus le temps de traitement est long.
- L'inhibiteur de corrosion n'empêche pas totalement l'apparition de sites favorables au développement de piqûres de corrosion. Cela est en accord avec Depétris-Wéry (2019).

En considérant que le rapport surface / masse des éprouvettes est proche après post-traitement, on peut chercher à établir une relation entre la surface et la vitesse de décapage dans le bain. À partir de trois tests menés, on trouve un rapport linéaire entre la masse initiale et la vitesse de décapage (voir figure 80 ci-dessous). Une étude sur un plus grand nombre d'échantillons pourrait confirmer ou infirmer ce rapport. Une éprouvette parfaite possède une surface de 1 586 mm<sup>2</sup> pour une masse de 13,46 g. La vitesse de décapage attendue vaut alors 99 mg/h. La relation suivante décrit la vitesse d'attaque en fonction de la masse initiale dans le bain, avec ou sans inhibiteur de corrosion.

$$v = 18,004 * m - 143,65 \text{ avec } \begin{cases} v \text{ vitesse d'attaque (mg/h)} \\ m \text{ masse initiale (g)} \end{cases} \quad (7)$$

En faisant l'équivalence entre la masse et la superficie de l'éprouvette, on obtient :

$$v = 18,004 \left( \frac{13,46}{1586} S \right) - 143,65 \text{ avec } \begin{cases} v \text{ vitesse d'attaque (mg/h)} \\ S \text{ surface initiale (mm}^2\text{)} \end{cases} \quad (8)$$

On peut donc conclure que la vitesse de décapage dans le bain ne dépend pas de la présence d'inhibiteur de corrosion, mais de la superficie de la pièce concernée et de ses états de surface associés.

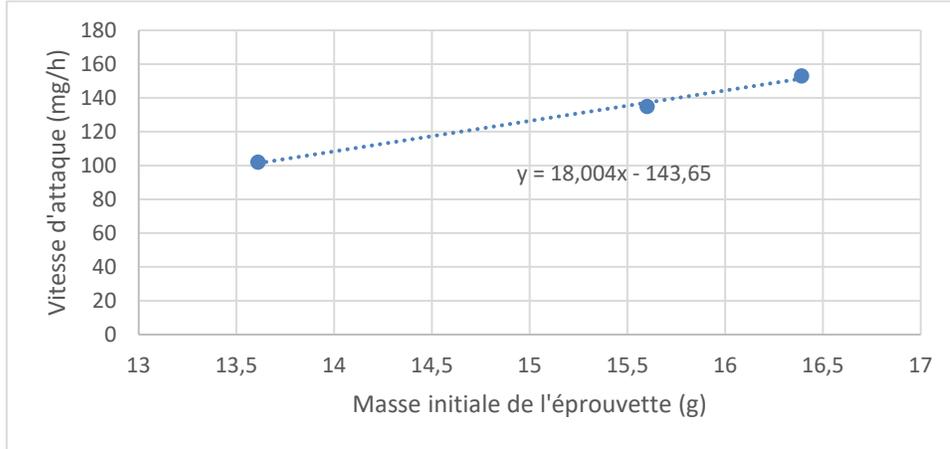


Figure 80. Courbe de vitesse de décapage en fonction de la masse initiale de l'éprouvette

## 4.1.2 Polissage

### 4.1.2.1 Influence de la concentration en fer dissous sur le polissage

La figure 53 montre que la vitesse d'attaque dépend de la masse de MS1 dissoute dans le bain acide et donc de sa concentration en métaux dissous. Le fer étant le composé majoritaire du MS1, il est considéré comme facteur le plus influent. Cela est cohérent avec Pellereau *et al.* (1994), Jean (2012) et Depétris-Wéry (2019). On voit sur la figure que la vitesse d'attaque du bain augmente jusqu'à atteindre un maximum (zone I), est maintenue pendant quelques heures (zone II), puis diminue (zone III). La vitesse est maximum après la dissolution de 0,34 g de MS1 dans le bain. Elle commence à diminuer après dissolution de 2,5 g de MS1, ce qui correspond au début de la saturation du bain. On observe également qu'à vitesse d'attaque maximale, des piqûres de corrosion se forment, comme sur la figure 52. Cette vitesse n'est donc pas exploitable pour un polissage. La zone la plus intéressante pour le polissage se situe juste avant, lorsque les piqûres de corrosion ne se forment pas tout en conservant une vitesse d'attaque optimale. Les vitesses d'attaque obtenues sont non nulles, ainsi le polissage du MS1 ne nécessite pas de dépassivation

préalable. Selon Pellereau *et al.* (1994), cette dépassivation aurait été obligatoire dans le cas d'un acier maraging inoxydable, ce qui n'est pas notre cas. En effet, le MS1 n'est pas inoxydable, mais possède une tendance à la passivation (Depétris-Wéry, 2019; Lamb *et al.*, 1973).

On peut donc conclure que le polissage optimal nécessite d'opérer dans une plage de concentration en fer dissous permettant d'avoir la plus grande vitesse d'attaque tout en évitant la formation de piqûres de corrosion.

#### 4.1.2.2 Polissage sans inhibiteur de corrosion

Les paramètres d'état de surface en fonction de la profondeur d'attaque lors du polissage d'une éprouvette  $\beta 45-135^\circ$  sont fournis dans les figures 82 et 83. Il est préférable d'analyser les résultats en fonction de la profondeur d'attaque afin de juger du niveau d'efficacité du polissage. Cela implique de pouvoir contrôler la vitesse d'attaque par la suite. Dans notre cas, le contrôle de la vitesse d'attaque peut être effectué par l'ajout d'inhibiteur de corrosion, qui permet de diminuer la concentration du bain en fer dissous. L'efficacité du polissage peut se comparer avec la courbe d'évolution des paramètres de rugosité en fonction de l'enlèvement de matière par abrasion pour un matériau issu de la fabrication additive figure 81. En effet, le polissage par abrasion est équivalent à un polissage chimique parfait, dans lequel seuls les pics sont attaqués. Selon Nutal (2019), une couche superficielle plus poreuse est à prendre en compte dans le cas de la fabrication additive métallique. Elle est responsable de la diminution tardive du paramètre  $S_v$ , car de nouvelles porosités apparaissent au fur et à mesure du traitement, formant de nouvelles vallées. Dans notre cas, la mise en solution solide fait perdre de l'importance à cette couche poreuse en l'homogénéisant et en formant une couche de calamine.

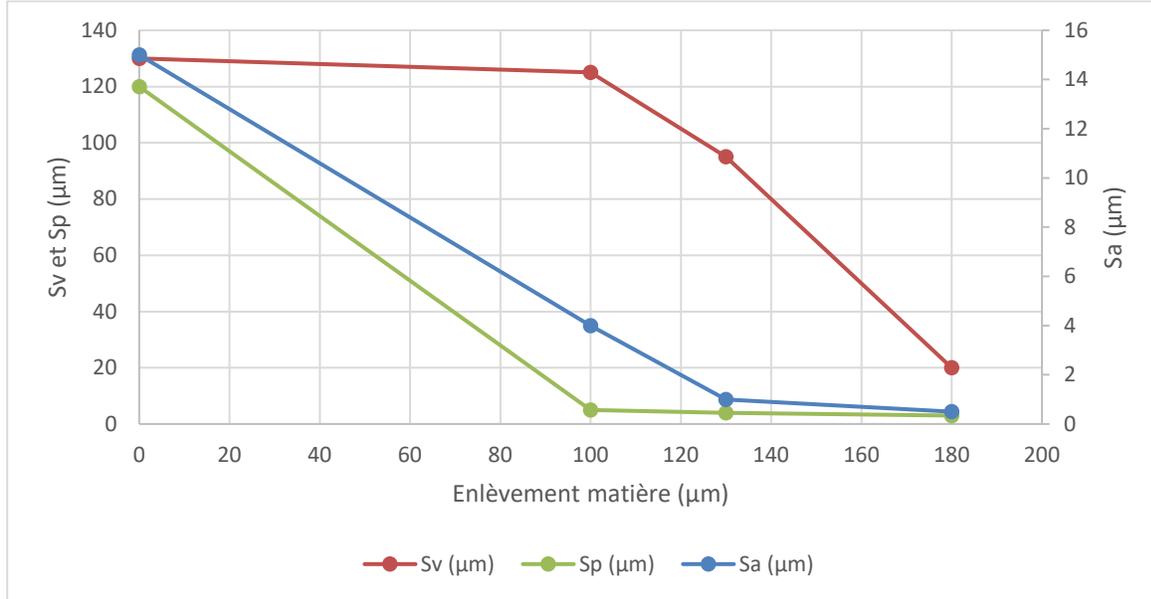


Figure 81. Évolution des paramètres de rugosité Sa, Sv et Sp en fonction de l'enlèvement de matière par abrasion. Reproduit de (Natal, 2019).

Les courbes de polissage obtenues (figures 82 et 83) diffèrent du modèle parfait exprimé par Natal (2019) pour l'éprouvette  $\beta 45^\circ$ , car les trois paramètres diminuent dès le début de l'attaque. Cela nous indique que les porosités de la couche superficielle ont bien été redistribuées lors de la mise en solution solide. Pour l'éprouvette  $\beta 135^\circ$ , le paramètre de profondeur maximale de creux  $R_v$  ne diminue que très peu. Sur cette face, deux phénomènes pourraient exister pour expliquer la faible diminution de  $R_v$  : l'apparition de nouvelles porosités ou le creusement des vallées par l'attaque acide. Les vallées pourraient se creuser si elles sont trop larges et que le polissage n'attaque pas beaucoup plus les pics que les vallées. Elles pourraient aussi se creuser si elles sont profondes et étroites, permettant ainsi l'apparition de corrosion localisée par la formation d'une micropile locale. Des micrographies du polissage permettraient de valider les phénomènes en question. La micrographie figure 52 montre la présence de piqûres de corrosion. Cela renforce l'hypothèse de la corrosion localisée, les piqûres de corrosion étant dues à la formation de micropiles locales après rupture du film de passivation par un ion chlorure.

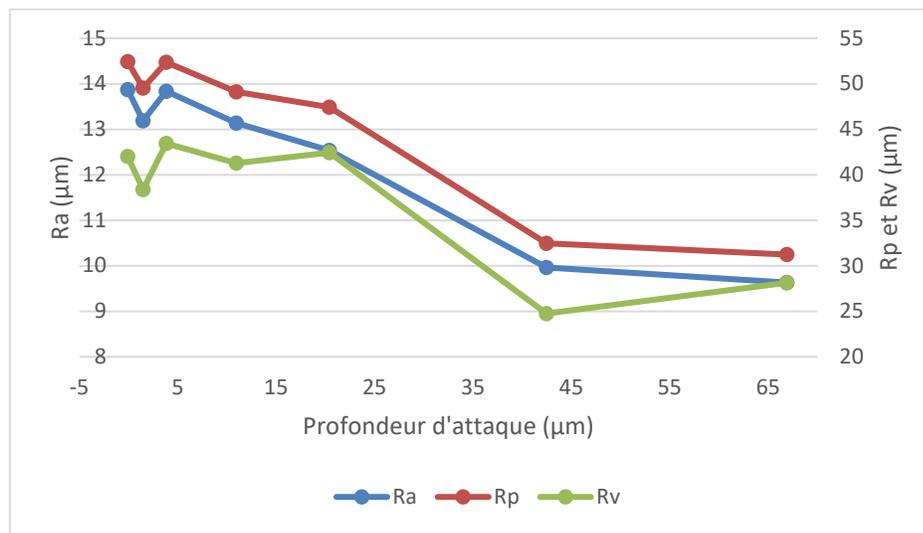


Figure 82. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion d'une éprouvette  $\beta 45^\circ$

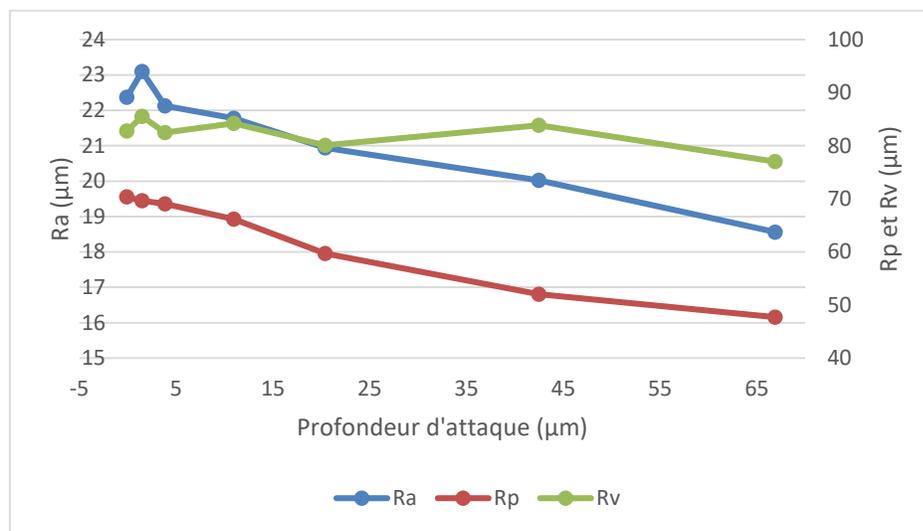


Figure 83. Suivi d'état de surface du polissage sans inhibiteur de corrosion d'une éprouvette  $\beta 135^\circ$

En jugeant uniquement la rugosité arithmétique moyenne  $R_a$ , on observe une amélioration de  $4 \mu\text{m}$  sur les faces  $45^\circ$  et  $135^\circ$ . Ce gain équivaut à respectivement 31 % et 17 % d'amélioration pour les faces  $45^\circ$  et  $135^\circ$ . L'amélioration d'état de surface lors du polissage se mesure donc en micromètres et non en pourcentage. Cela n'était pas forcément

attendu, car le polissage attaque plus rapidement les pics plus élevés de la matière. Or ces pics sont plus hauts sur la face à 135° que sur la face à 45°.

Lors du polissage (voir macrographies du tableau 19), le faciès gris clair métallisé dû à l'acide chlorhydrique annoncé par Depétris-Wéry (2019) apparaît, surtout sur la face inférieure ( $\beta$ 135°). Les taches foncées observées sont superficielles et dues au séchage non uniforme après rinçage. Pellereau *et al.* (1994) annonce que celles-ci ne sont pas une cause de rebut.

De cette étude, on peut conclure sur deux points :

- Le polissage est caractérisé par une diminution d'état de surface indépendante de l'état de surface initial.
- Le polissage permet l'obtention d'un faciès gris clair métallisé.

#### **4.1.3 Combinaison du décapage et du polissage**

Dans ce cas de figure, les pièces sont décapées dans le bain puis laissées afin de permettre à un début de polissage d'opérer.

##### **4.1.3.1 Combinaison sans inhibiteur de corrosion**

Pour la face d'une éprouvette  $\beta$ 45°, le temps de traitement chimique optimal est de 12 h selon le tableau 20. Pour la face  $\beta$ 135°, il est de 18 h. Pour rappel, le temps de décapage a été estimé à 9 h et 12 h en l'absence d'inhibiteur de corrosion et à 8 h et 10 h en sa présence. Toutefois, le paramètre surfacique de profondeur maximale de creux  $S_v$  est déjà élevé au temps de traitement optimal par rapport à  $S_v$  homogénéisé. Cela nous indique que les vallées se creusent ou que des piqûres de corrosion se forment. L'imagerie Keyence figures 54 et 55 confirme la présence de piqûres de corrosion à 18 h pour les deux faces étudiées. Elles sont

également observées à 12 h pour la face  $\beta 45^\circ$ . Une fois ces piqûres apparues, les mesures d'état de surface au palpeur Mitutoyo annoncent un meilleur état de surface que le microscope Keyence. Cela est dû à la faible probabilité de rencontre d'une piqûre par la ligne du palpeur quand le microscope Keyence analyse tout une surface. Selon Depétris-Wéry (2019), le rajout d'inhibiteurs de corrosion dans le bain acide permet de diminuer la dissolution du métal et donc de limiter la rugosité superficielle. L'utilisation d'acide chlorhydrique et sa potentielle corrosion par piqûres sont particulièrement visées. Par ailleurs, l'imagerie MEB-EDS des quatre principaux éléments d'alliage du MS1 (figure 58) ne montre pas d'attaque préférentielle d'un élément par le bain acide. Les piqûres ne proviennent donc pas de la dissolution préférentielle d'un de ces éléments. L'imagerie MEB (figures 56 et 57) a également permis d'évincer l'hypothèse de porosités s'agrandissant avec le temps, car il n'y a pas de porosité visible à 12 h de traitement chimique. Les hypothèses de dissolution préférentielle et d'agrandissement de porosités existantes étant rejetées, on peut conclure que la corrosion par piqûres provient bien de la présence de chlorures dans le bain, comme cela était annoncé par Depétris-Wéry (2019). Cette conclusion serait à vérifier par l'analyse à fort grossissement d'une piqûre, en recherchant la présence de chlore et en déterminant les concentrations des principaux éléments d'alliage.

Par ailleurs, outre la formation de piqûres de corrosion, le polissage n'est pas uniforme. L'imagerie MEB (figures 56 et 57) montre des stries qui ne devraient pas être présentes. À des fins de comparaison, la surface visée est fournie dans la figure 84. Dans le polissage à 2 étapes, on n'observe aucune strie et aucun élément pointu, tout est lisse. La présence d'un tensioactif dans le bain pourrait donc s'avérer nécessaire afin d'uniformiser le polissage (Pellereau *et al.*, 1994).

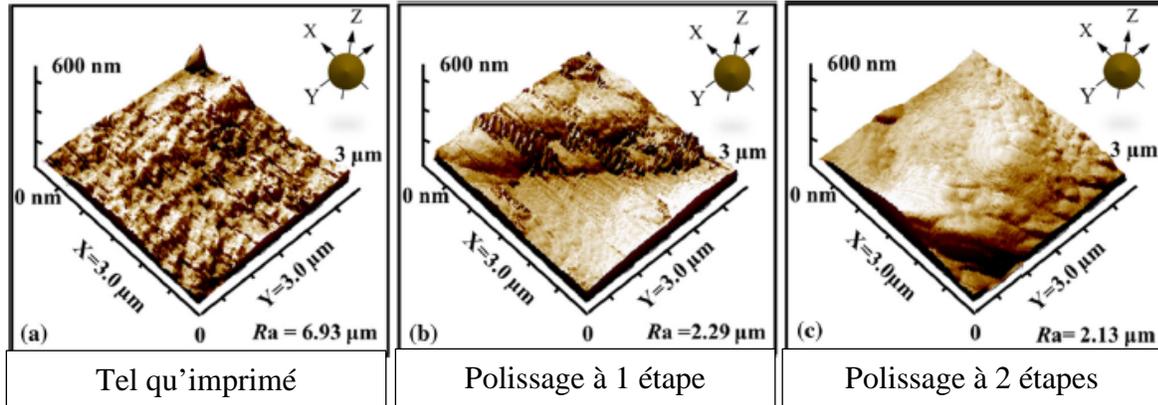


Figure 84. Images au microscope à force atomique de la topographie de surface de Ti-6Al-4V imprimé © Zhang *et al.* (2019)

On peut donc conclure que :

- Les piqûres de corrosion sont dues à la présence de chlorures dans le bain acide.
- Au vu de la formation de piqûres de corrosion dès la fin du décapage, l'ajout d'un inhibiteur de corrosion est fortement recommandé. De plus, on a vu précédemment que cet inhibiteur n'agit pas sur la vitesse de décapage.
- L'imagerie MEB permet de mieux déterminer le temps de traitement optimal que l'imagerie Keyence, qui possède une plus petite résolution.
- En cas de présence de piqûres de corrosion, le palpeur perd en fiabilité contrairement au microscope Keyence.
- Le polissage n'est pas uniforme et pourrait nécessiter l'usage d'un tensioactif.

#### 4.1.3.2 Combinaison avec inhibiteur de corrosion

Le suivi de masse figure 59 montre que le décapage a lieu entre 0 h et 10 h et que le polissage a ensuite lieu de 10 h à 18 h. La perte de masse due au polissage est très faible :

138 mg, 143 mg et 156 mg en 8 h pour les trois éprouvettes. Ici, le rajout d'inhibiteur de corrosion dans le bain acide permet de contrôler la concentration en fer dissous de la solution et donc de diminuer la dissolution du métal annoncée par Depétris-Wéry (2019). L'inhibiteur utilisé, le ferrocyanure de potassium, réagit avec les ions métalliques en solution. Les ions ciblés sont les ions  $Fe^{2+}$  et  $Fe^{3+}$ , qui vont former un précipité bleu. Les précipités formés sont le bleu de Prusse, sous ses formes solubles et insolubles, et un léger précipité bleu ("Colorful Iron Complexes - Transition Metal Complex Ions," 2016; "Le fer,"). L'avantage de cet inhibiteur de corrosion est qu'il réagit avec les ions ferreux et ferriques et non avec l'acier pour former une couche de passivation. Ainsi il n'y a pas de problème d'adsorption qui pourrait bloquer le polissage chimique (Depétris-Wéry, 2019). Le polissage est donc uniquement contrôlé par la concentration en fer dissous.

Le suivi d'état de surface lors de ce traitement chimique (figures 60, 61 et 62) montre que la majorité de l'amélioration de surface est due au décapage de 10 h et non au polissage qui s'ensuit. Les paramètres de profondeur maximale de creux  $R_v$  et de hauteur maximale de saillie du profil  $R_p$  ne montrent pas de tendance fixe pour les trois éprouvettes. Les augmentations et diminutions successives observées pourraient être le signe d'un polissage non homogène. Le tableau 36 résume les améliorations de rugosité arithmétique  $R_a$  observées lors du décapage et du polissage.

On considère que le décapage de  $\beta 1\ 45^\circ$  s'est terminé à 12 h au lieu de 10 h. On retrouve alors le fait que le polissage ne dépend pas de l'état de surface initial, avec des améliorations de rugosité arithmétique comprises entre  $0,3\ \mu m$  et  $0,5\ \mu m$  en huit heures.

Tableau 36

Améliorations de la rugosité arithmétique lors du traitement chimique

Éprouvette $R_a$ initial	Amélioration lors du décapage		Amélioration lors du polissage	
	Absolue	Relative	Absolue	Relative
$\alpha 1$ 0° 16,152 $\mu\text{m}$	1,4 $\mu\text{m}$	9 %	0,5 $\mu\text{m}$	3 %
$\beta 1$ 45° 15,239 $\mu\text{m}$	0,5 $\mu\text{m}$ <i>1,2 <math>\mu\text{m}^*</math></i>	3 % <i>8 %*</i>	1,0 $\mu\text{m}$ <i>0,3 <math>\mu\text{m}^*</math></i>	7 % <i>2 %*</i>
$\beta 2$ 45° 9,349 $\mu\text{m}$	2,4 $\mu\text{m}$	25 %	0,3 $\mu\text{m}$	5 %
$\beta 1$ 135° 30,372 $\mu\text{m}$	4,4 $\mu\text{m}$	14 %	0,4 $\mu\text{m}$	2 %
$\beta 2$ 135° 27,007 $\mu\text{m}$	6,5 $\mu\text{m}$	24 %	0,3 $\mu\text{m}$	1 %

\* Correctif en prenant la mesure de fin de décapage à 12 h au lieu de 10 h

Le décapage a permis des améliorations de rugosité arithmétique moyenne comprises entre 1,2 et 6,5  $\mu\text{m}$ . Une corrélation positive existe entre l'amélioration absolue et l'état de surface initial. L'éprouvette  $\beta 2$  45° est une exception, car elle a été particulièrement réceptive au traitement chimique. C'est aussi la seule qui possédait une rugosité initiale inférieure à 10  $\mu\text{m}$ . Cette caractéristique implique des paramètres de mesure de rugosité différents par rapport aux autres éprouvettes. Ces paramètres pourraient avoir montré une sensibilité plus importante aux variations d'état de surface dues au traitement chimique.

On peut conclure que :

- Le décapage avec inhibiteur de corrosion engendre une amélioration des propriétés d'état de surface en plus de dissoudre la calamine. Cela est cohérent avec Jean (2012) qui annonce que les inhibiteurs permettent d'éviter une rugosité superficielle élevée.
- Après décapage, un polissage de 8 heures n'est pas efficace et présente des signes d'inhomogénéité. Il n'apparaît pas clairement qu'un polissage plus long serait

efficace. L'essai d'un polissage à plus haute température, comme dans les exemples de Tytgat *et al.* (1989), pourrait amener de meilleurs résultats.

#### **4.1.4 Comportement de l'inhibiteur de corrosion**

L'inhibiteur ajouté, le ferrocyanure de potassium, a été dosé de manière à viser un retour à 250 mg/L de fer dissous. Les valeurs de concentration dans cette section sont celles fournies par le MP-AES (échantillon dilué 25 fois), soit 10 mg/L visés. Ne connaissant pas toutes les réactions en vigueur entre les métaux dissous et l'inhibiteur, il a été supposé qu'une mole d'inhibiteur réagit avec une mole de fer dissous lors de son dosage.

##### **4.1.4.1 Impact de l'inhibiteur de corrosion sur les concentrations en métaux dissous**

Le suivi des concentrations en fer, nickel, cobalt et molybdène du bain lors des deux traitements chimiques finaux (figures 64 et 66) montre que les 250 mg/L de fer dissous ne sont pas atteints avec la supposition effectuée. Toutefois, la concentration en fer dissous atteinte après chaque rajout d'inhibiteur varie peu. Ainsi le critère déterminant pour atteindre la plage visée est l'ajout initial de ferrocyanure de potassium.

Par ailleurs, le dosage de la concentration en métaux dissous devrait s'effectuer plus tardivement par rapport à l'ajout de l'inhibiteur. En effet, la réaction n'est pas complète après 5 minutes. Cela est indiqué par une faible augmentation des concentrations dans l'heure suivant l'ajout par rapport aux augmentations observées lors de la deuxième heure. Cette variation d'augmentation n'est pas due à une hausse des vitesses d'attaque, en réaction à une concentration en fer dissous plus importante. En effet, ce comportement n'est pas retrouvé lors des deux premières heures de traitement chimique.

Après observation des courbes, on réalise que le fer, le nickel et le cobalt restent en concentrations stables lors du traitement chimique alors que le molybdène voit sa

concentration augmenter tout au long du traitement, même avec ajout de ferrocyanure de potassium. On peut donc conclure que la quantité de molybdène libérée lors du traitement est plus importante que la quantité de molybdène réagissant avec l'inhibiteur. Le tableau 37 résume les variations de concentration observées suite à 4 ajouts différents de ferrocyanure de potassium. Ces 4 ajouts ont été choisis aléatoirement. On y remarque que le pourcentage de variation garde une certaine constance. Environ 75 % des mg/L qui vont réagir sont du fer dissous, 15 % pour le nickel dissous, 9 % pour le cobalt et 1 % pour le molybdène. On suppose que le ferrocyanure de potassium n'a pas réagi avec le molybdène lors du traitement du modèle U à 12 h. Notons que les variations détectées proviennent uniquement de la formation de précipités insolubles qui vont être filtrés. Les précipités solubles et solubilisés sont quant à eux détectés aux analyses par MP-AES.

Tableau 37

Variation des concentrations lors du traitement chimique

	<b>Élément</b>	<b>Concentration initiale au MP-AES (mg/L)</b>	<b>Concentration finale au MP-AES (mg/L)</b>	<b>Variation au MP-AES (mg/L)</b>	<b>Importance de la variation</b>
<b>Modèle U à 12 h</b>	<b>Fe</b>	33,6	13,45	20,15	77 %
	<b>Ni</b>	7,48	3,40	4,08	16 %
	<b>Co</b>	3,71	1,81	1,90	7 %
	<b>Mo</b>	2,11	2,25	-0,14	NA
<b>Modèle U à 14 h</b>	<b>Fe</b>	101,47	39,99	61,48	75 %
	<b>Ni</b>	15,60	3,30	12,30	15 %
	<b>Co</b>	9,37	1,57	7,80	10 %
	<b>Mo</b>	3,29	2,87	0,42	1 %
<b>Modèle V à 2 h</b>	<b>Fe</b>	28,00	15,45	12,55	75 %
	<b>Ni</b>	6,05	3,78	2,27	14 %
	<b>Co</b>	3,05	1,46	1,59	9 %
	<b>Mo</b>	2,86	2,51	0,35	2 %
<b>Modèle V à 16 h</b>	<b>Fe</b>	21,71	11,54	10,17	73 %
	<b>Ni</b>	4,47	2,48	1,99	14 %
	<b>Co</b>	2,32	1,12	1,20	9 %
	<b>Mo</b>	6,93	6,34	0,59	4 %

Le tableau 38 résume les quantités de ferrocyanure de potassium ajoutées et son taux d'utilisation par rapport à la masse ajoutée lors des événements étudiés. On y remarque que la masse totale de métaux dissous qui vont réagir vaut environ 14 % de la masse d'inhibiteur ajouté. Avec ces éléments, il sera plus aisé de manipuler les concentrations en métaux dissous lors de futurs traitements chimiques et ainsi de contrôler le traitement chimique.

Tableau 38

Ajout et utilisation du ferrocyanure de potassium lors du traitement chimique

	Élément	Variation au MP-AES (mg/L)	Ferrocyanure de potassium ajouté au MP-AES (mg/L)	Pourcentage d'utilisation du ferrocyanure de potassium (en masse)
<b>Modèle U à 12 h</b>	<b>Fe</b>	20,15	177	15 %
	<b>Ni</b>	4,08		
	<b>Co</b>	1,90		
	<b>Mo</b>	-0,14		
<b>Modèle U à 14 h</b>	<b>Fe</b>	61,48	692	12 %
	<b>Ni</b>	12,30		
	<b>Co</b>	7,80		
	<b>Mo</b>	0,42		
<b>Modèle V à 2 h</b>	<b>Fe</b>	12,55	136	12 %
	<b>Ni</b>	2,27		
	<b>Co</b>	1,59		
	<b>Mo</b>	0,35		
<b>Modèle V à 16 h</b>	<b>Fe</b>	10,17	88	16 %
	<b>Ni</b>	1,99		
	<b>Co</b>	1,20		
	<b>Mo</b>	0,59		

#### 4.1.4.2 Impact d'un surplus d'inhibiteur de corrosion

Lors du traitement chimique des éprouvettes de fatigue modèle U, deux bains ont été utilisés, car le premier a été saturé en inhibiteur de corrosion. Ce surplus est détecté lors de

la préparation des échantillons pour analyse au MP-AES : la solution diluée filtrée a une teinte jaune. Profitons-en pour étudier l'impact d'un surplus d'inhibiteur de corrosion.

Le suivi des concentrations en fer, nickel, cobalt et molybdène du bain (figure 63) montre l'absence de nickel et de cobalt dissous dans le bain à partir de 4 heures. En excès, l'inhibiteur réagit donc avec tout le nickel et le cobalt dissous pour former des précipités insolubles. Le molybdène et le fer, quant à eux, augmentent à chaque ajout de ferrocyanure. Le pic de molybdène à 2 h indique qu'une interaction avec le ferrocyanure existe. L'ajout de ferrocyanure pourrait entraîner le relâchement de molybdène par les précipités insolubles. Concernant le fer, la diminution de la concentration à 2 h indique que le ferrocyanure n'est pas encore en excès. À 4 h, la concentration reste stable, ce qui indique que le fer dissous n'a pas encore réagi avec l'inhibiteur, ou que le fer de l'inhibiteur est en quantité égale avec l'ancienne concentration en fer. La chute brutale jusqu'à 5 h indique que la réaction n'avait pas encore totalement eu lieu et que l'inhibiteur a consommé du fer dissous durant cette heure. À partir de 6 h, l'ajout d'inhibiteur augmente grandement la concentration en fer dissous. C'est signe de la saturation de la solution. À partir de ce moment, le fer détecté en solution est alors celui de l'inhibiteur de corrosion sous la forme d'ion ferrocyanure.

Comme expliqué dans les sections 4.1.1 « Décapage » et 4.1.2 « Polissage », le ferrocyanure de potassium agit sur le polissage et non sur le décapage. En diminuant au minimum la concentration d'ions ferriques et ferreux, la vitesse de polissage en solution usagée va être équivalente à celle dans une solution neuve, soit être presque nulle. Un excès de ferrocyanure de potassium peut donc « bloquer » la réaction, plus ou moins longtemps selon l'importance de l'excès.

Pour conclure, malgré un comportement encore mal maîtrisé de l'inhibiteur de corrosion, on peut dire que la masse totale de métaux dissous qui va précipiter vaut environ 14 % de la masse d'inhibiteur ajouté. On peut ajouter que le décapage est efficace tant que le bain n'est pas saturé en fer dissous et que son temps d'action dépend de l'état de surface

initial traité. Lorsqu'il est effectué avec un inhibiteur de corrosion, il engendre une amélioration des propriétés d'état de surface. Toutefois, l'inhibiteur n'empêche pas totalement l'apparition de sites favorables au développement de piqûres de corrosion, dues à la présence de chlorures dans le bain acide. La plage de concentration en fer dissous choisie n'a pas permis l'obtention d'un polissage efficace. L'amélioration d'état de surface due au polissage est très faible. Celui-ci présente même des signes d'inhomogénéité, ce qui suggère l'ajout d'un tensioactif dans le bain acide utilisé.

## 4.2 ÉTUDE EXPLORATOIRE ÉLECTROCHIMIQUE

Les objectifs spécifiques de l'étude ont été remplis, à savoir la comparaison des vitesses d'attaque du bain pour deux états de surfaces différents et pour plusieurs concentrations en fer dissous avec ou sans inhibiteur de corrosion. Les résistances à la polarisation et les courants de corrosion ont permis d'établir un classement de la résistance de l'acier maraging aux différents bains (tableau 35). La face usinée est plus résistante que la face brute. Cela concorde avec la littérature qui conseille d'effectuer une finition surfacique afin d'améliorer les résistances en fatigue et en corrosion (Brent *et al.*, 2016; Hassanin *et al.*, 2018). L'acier dans le bain de polissage avec inhibiteur de corrosion à 80 mg/L de fer dissous est plus résistant que celui dans le bain de polissage saturé en inhibiteur de corrosion. Cela concorde avec les recommandations de Tytgat *et al.* (1989) pour l'utilisation de l'inhibiteur : on doit s'assurer d'avoir une concentration minimale en fer dissous avant son utilisation. Viennent ensuite par ordre de résistance décroissante : le polissage rapide (3 030 mg/L de fer dissous), le polissage lent sans inhibiteur (1515 mg/L de fer dissous) et le décapage. Le décapage n'est pas étonnant, car nous avons vu que le bain était très efficace pour décaper. En revanche l'ordre inverse aurait été attendu pour le polissage lent et le polissage rapide. Le polissage rapide présente d'importantes piqûres de corrosion, il est possible que celles-ci interfèrent dans les mesures et augmentent la résistance à la polarisation, par un mécanisme indéterminé. Une autre possibilité est que le bain acide commence à saturer à 3 030 mg/L de fer dissous,

ce qui engendrerait une diminution de sa vitesse d'attaque. Notons que le classement établi avec les courants de corrosion est identique, à une inversion près. Cela est dû aux incertitudes sur les coefficients des pentes de Tafel anodique et cathodique. En effet, l'acier maraging dans le bain acide ne présente pas qu'une unique réaction d'oxydation, ce qui éloigne les courbes de Tafel des courbes théoriques présentées dans la littérature. Le tracé des droites de Tafel et donc le calcul des coefficients présente alors plus de variabilité. Ce phénomène est courant et habituellement, selon Dorenlor (2021) et Tait (2001), on répète au minimum trois fois chaque essai pour le prendre en compte. Dans notre cas, chaque essai n'a été répété que deux fois, par manque d'échantillons et de temps. De ce fait, on se limite à la comparaison des cinq cas de figure de notre étude.

Le classement de l'agressivité du bain effectué à partir des potentiels en circuit ouvert après 10 minutes (tableau 34) est très surprenant, avec le polissage rapide dans le bain le moins agressif et le polissage dans le bain saturé en inhibiteur de corrosion dans le bain le plus agressif. Selon Lavigne (1991), lorsque le décalage de potentiel varie de  $\pm 15$  mV, la différence n'est pas significative. On peut donc établir le classement des bains suivant (tableau 39) :

Tableau 39

Classement par ordre d'agressivité des bains selon le potentiel en circuit ouvert, avec prise en compte des différences de potentiel non significatives

<b>Classement du moins agressif au plus agressif</b>	<b>Cas</b>	<b>Concentration en fer dissous (mg/L)</b>	<b>E<sub>co</sub> (mV vs ENH)</b>
1	3) Polissage rapide sans inhibiteur	3 030	- 488
2	1) Décapage sans inhibiteur	1 515	- 510
	2) Polissage lent sans inhibiteur		
3	4) Polissage avec inhibiteur	80	- 544
	5) Polissage avec saturation en inhibiteur	0	

On remarque qu'après 10 minutes, les bains les moins agressifs sont ceux qui ont le plus de fer dissous selon l'étude du potentiel en circuit ouvert. Ce classement n'est pas représentatif des observations expérimentales effectuées. Nous sommes donc dans une situation où le déplacement du potentiel vers une valeur plus noble n'est pas corrélé avec une augmentation de la résistance à la corrosion. Toutefois, le polissage rapide étant le seul à montrer la formation de piqûres de corrosion, il est possible que leur apparition soit liée au dépassement d'un certain potentiel. Cela serait à vérifier avec une campagne d'expérimentation plus importante. Une plage d'étude plus longue que 10 minutes pourrait aussi être utile et permettrait d'observer l'apparition ou non des piqûres de corrosion au microscope électronique à balayage, par rapport au potentiel en circuit ouvert mesuré. Enfin, l'agitation du bain n'a ici pas été prise en compte, mais pour une durée d'étude plus longue, celle-ci s'avère cruciale à la reproduction des conditions expérimentales du polissage.

Pour conclure, l'objectif final de l'étude était de chercher si, à travers la comparaison des vitesses d'attaques, la corrosion par piqûres pouvait être détectée. On ne cherche pas à détecter et diminuer la corrosion généralisée qui est responsable du polissage et de l'amélioration d'état de surface. Les piqûres n'ont pas pu être détectées à l'aide des résistances à la polarisation et des courants de corrosion. En revanche, le classement particulier obtenu à l'aide des potentiels en circuit ouvert pourrait montrer l'existence d'un seuil de potentiel à ne pas dépasser afin de ne pas former de piqûres.

### **4.3 TRAITEMENT THERMIQUE CHOISI**

Les effets du traitement thermique sur la microstructure et l'état de surface des pièces sont d'abord abordés. Ensuite viennent les effets sur les essais de dureté et de traction. Pour rappel, le traitement thermique est composé d'une phase de mise en solution solide et d'une seconde phase de durcissement structural. Les courbes de température et les tableaux récapitulatifs du traitement thermique des éprouvettes de traction sont présents dans la section 3.1.1 « Caractérisation du traitement thermique ». Les tableaux récapitulatifs des

traitements thermiques des éprouvettes entaillées U et V sont présents dans l'ANNEXE III. Les points importants de ces traitements thermiques sont indiqués dans les tableaux 21 et 22 de la section 3.3.1 « Vérification des traitements thermiques subis ».

#### **4.3.1 Effet du traitement thermique sur la microstructure et l'état de surface**

##### 4.3.1.1 Effet de la mise en solution solide

###### **a) Effet sur la microstructure**

La mise en solution solide, ou homogénéisation, efface complètement les traces du procédé d'obtention des pièces : la couche externe de la pièce et les traces du passage du laser dans le plan étudié (figures 40 et 41). Elle fait également apparaître la structure martensitique attendue (figure 41). L'homogénéisation de la microstructure permet donc une diminution de l'anisotropie des pièces. Cela est cohérent avec les résultats de Kučerová *et al.* (2019), Santos *et al.* (2015), Kwon *et al.* (2019), Mutua *et al.* (2018) et EOS (2017).

Toutefois, la mise en solution solide engendre la formation d'une couche de calamine d'environ 20-30  $\mu\text{m}$  d'épaisseur (figure 41). Celle-ci s'insère par endroits dans la structure martensitique de la pièce. Ces insertions pourraient fragiliser la pièce en jouant le rôle d'amorces de fissuration. La littérature n'a pas encore qualifié ces insertions. En effet habituellement, la couche de calamine ainsi qu'une faible épaisseur d'acier non oxydé sont retirées lors du post-traitement.

La figure 74 confirme la présence importante d'insertions de calamine dans la structure martensitique. Elle montre également que l'épaisseur de la couche de calamine peut être variable lorsque l'état de surface initial est mauvais. Cela est particulièrement visible sur l'entaille inférieure d'éprouvette de fatigue modèle V (figure 74). Cette variance est attendue. En effet, la couche de calamine est formée d'oxydes dus à la présence d'oxygène dans le four

(Laurent & Alain, 2002). Pour un pic, la surface en contact avec l'air par rapport au volume d'acier concerné est plus importante que pour une vallée. Ainsi l'oxydation des pics, où il y a des particules coalescentes est plus rapide et la couche d'oxyde qui en résulte est plus épaisse.

**b) Effet sur l'état de surface**

La couche écailleuse de calamine formée lors de la mise en solution solide est clairement visible sur la figure 85. Comme annoncé par Laurent et Alain (2002), les écailles sont superficielles et facilement détachables. Ce phénomène est plus visible sur la face supérieure d'une éprouvette  $\beta 45-135^\circ$  que sur sa face inférieure, qui présente un bien moins bon état de surface.

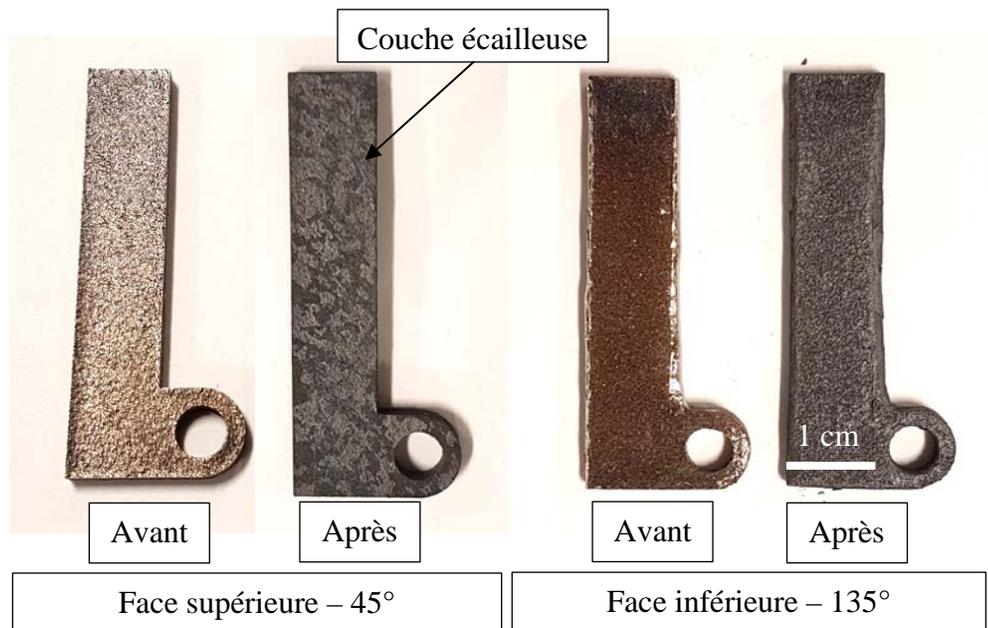


Figure 85. Photographies d'une éprouvette  $\beta 45-135^\circ$  avant et après mise en solution solide

Les figures 42 et 43 montrent que la mise en solution solide fait fusionner les poudres coalescentes avec la couche de calamine. Cela engendre un certain lissage visuel de la couche superficielle. Ce lissage est particulièrement visible avec l'imagerie Keyence. Pour la surface inférieure d'une éprouvette  $\beta 45-135^\circ$ , le pic le plus haut passe de  $290 \mu\text{m}$  à  $200 \mu\text{m}$ . Pour sa surface supérieure, le lissage est visuellement effectif, mais la formation d'écailles augmente le point le plus haut mesuré au Keyence (passage de  $132 \mu\text{m}$  à  $146 \mu\text{m}$ ).

La mesure des paramètres d'état de surface avant et après mise en solution solide (tableau 11) montrent que l'écart moyen du profil arithmétique du profil évalué  $R_a$  et la profondeur maximale de creux du profil  $R_v$  diminuent avec la mise en solution solide. La hauteur maximale de saillie du profil  $R_p$  n'a pas de tendance fixe. Ces données confirment que la mise en solution solide uniformise la surface extérieure des pièces et que la formation d'écailles fait essentiellement varier la hauteur maximale de saillie du profil  $R_p$ .

Le lissage issu de la mise en solution solide n'est pas documenté dans la littérature.

#### 4.3.1.2 Effet du durcissement structural sur l'état de surface

Visuellement, il est observé à partir de la figure 38 un écaillage des pièces après le durcissement structural. Cet écaillage est supposé être dû à la manipulation des pièces et la facilité des écailles à se détacher. Les macrographies, figure 68, montrent un léger changement de couleur entre les éprouvettes traitées chimiquement et les éprouvettes durcies. Ce changement est signe de la formation d'une couche d'oxydes. Cela était prévu, car selon Parry (2015), le phénomène d'oxydation thermique apparaît à partir de  $550^\circ\text{C}$ , température atteinte par le four lors du durcissement structural. Les micrographies effectuées sur les éprouvettes de fatigue (figures 71 à 74) concordent avec ces résultats. La couche d'oxydes formée a une épaisseur de l'ordre de quelques micromètres et ne présente pas d'écailles. Le durcissement structural ne montre pas d'autres impacts sur l'état de surface.

### 4.3.2 Effet du traitement thermique sur la dureté et les propriétés de traction

#### 4.3.2.1 Analyse du traitement thermique effectué

Comme le montrent les tableaux 12 et 13, le traitement thermique effectué sur les éprouvettes de traction normalisées diffère du traitement théorique visé. Le taux de refroidissement moyen lors de la mise en solution solide est proche des 10 °C/min (10,15 °C/min), mais il varie de 2 à 21 °C/min. Selon EOS, la gamme supérieure du MS1 doit suivre un taux de refroidissement compris entre 10 et 60 °C/min jusqu'à atteindre 32 °C. L'objectif est d'éviter un début de durcissement structural et d'obtenir la structure martensitique. La structure martensitique a été obtenue et aucun survieillissement n'a été observé. Une telle variation du taux de refroidissement ne semble donc pas problématique. L'arrêt de la mesure de température est à 270 °C, car à partir de cette température, la porte du four est grande ouverte et le taux de refroidissement ne fait que baisser. Cela ne pose pas de problème, car le phénomène de durcissement structural ne se produit que très peu à ces températures. En effet, selon Yin *et al.* (2018), le vieillissement engendré en trois heures pour des températures de 0 °C à 270 °C est très faible. De même, la température la plus faible prise en compte par Klobčar, Tušek, Taljat, Kosec, et Pleterski (2008) lors du vieillissement d'une soudure en acier maraging d'un moule de fonderie est 420 °C.

Pour les mêmes raisons, la température de surveillance du refroidissement lors du durcissement structural est de 400 °C, en prenant en compte que la porte du four est initialement ouverte et que le refroidissement est donc rapide. Le durcissement structural diffère du traitement visé, car la température des pièces est temporairement trop élevée. Le durcissement structural étant responsable de la majorité des caractéristiques mécaniques obtenues, il est nécessaire d'étudier l'influence d'une hausse temporaire de la température. Selon Casati *et al.* (2016), un durcissement structural à 540 °C mène à une dureté maximale en environ 2 h 30. Nous travaillons donc en survieillissement afin d'obtenir des caractéristiques mécaniques plus faibles. Un maintien à une température supérieure va donc mener à un survieillissement plus important et donc à des caractéristiques mécaniques encore

plus faibles. Un maintien à des températures légèrement plus faibles peut avoir l'effet inverse en menant à un survieillissement moins important. Après interprétation des courbes de Guo, Guo, et Zhu (2019), une température plus importante en début de vieillissement va mener à un temps optimal plus court, qui va engendrer une dureté optimale moins importante. Une température plus importante en fin de vieillissement peut engendrer un remplacement des précipités ou une formation d'austénite résiduelle plus rapide. Ces deux phénomènes sont responsables de caractéristiques mécaniques moins importantes.

Dans notre cas, les sept minutes de durcissement structural entre 535 et 537 °C peuvent être considérées comme peu influentes. Toutefois, les cinquante minutes supérieures à 543 °C peuvent avoir plus d'influence. En revanche, la littérature n'a pas étudié les variations mécaniques engendrées par des variations de température lors du traitement thermique. De même, les variations de dureté observées entre les diverses sources de la littérature ne permettent pas de comparer l'influence de la modification du traitement thermique à partir de plusieurs sources.

Pour conclure, les éprouvettes de traction étudiées peuvent présenter des caractéristiques mécaniques légèrement inférieures à ce qu'elles auraient dû présenter à l'issue d'un traitement thermique parfait.

#### 4.3.2.2 Essais de dureté

La dureté obtenue lors des essais de caractérisation du traitement thermique (tableau 16) choisi suit bien le comportement prévu par les courbes de Casati *et al.* (2016) utilisées. Elle est également proche des courbes de Guo *et al.* (2019) et de Mooney, Kourousis, et Raghavendra (2019). En revanche, la littérature fournit de nombreuses autres courbes qui ne concordent pas tout à fait avec les résultats obtenus et les trois sources citées. Cela peut provenir de la prise de température : température du four ou température de la

pièce, mais aussi du placement du thermocouple sur la pièce et de la taille de la pièce. Une pièce de petite taille et une pièce massive n'auront pas toujours le même comportement.

Lors du choix d'un durcissement structural, il convient donc de vérifier par rapport à quelles courbes de la littérature le protocole est établi. Ainsi les paramètres de temps et de température peuvent être plus facilement adaptés aux caractéristiques désirées. Si on généralise le protocole établi pour notre étude, le choix d'un traitement de durcissement structural s'effectue en deux étapes :

1. Présélection des températures permettant d'atteindre la dureté visée, associées à des durées de traitement.
2. Choix d'une température et d'un temps associé parmi la présélection.
  - a. Lorsqu'une dureté minimale est exigée, il est conseillé de se placer avant le temps optimal.
  - b. Lorsqu'une dureté maximale est exigée, il est conseillé de se placer après le temps optimal. Dans cette optique, viser un palier de survieillissement (figure 86) peut permettre un gain de contrôle sur le traitement thermique (car la variation de dureté est faible).

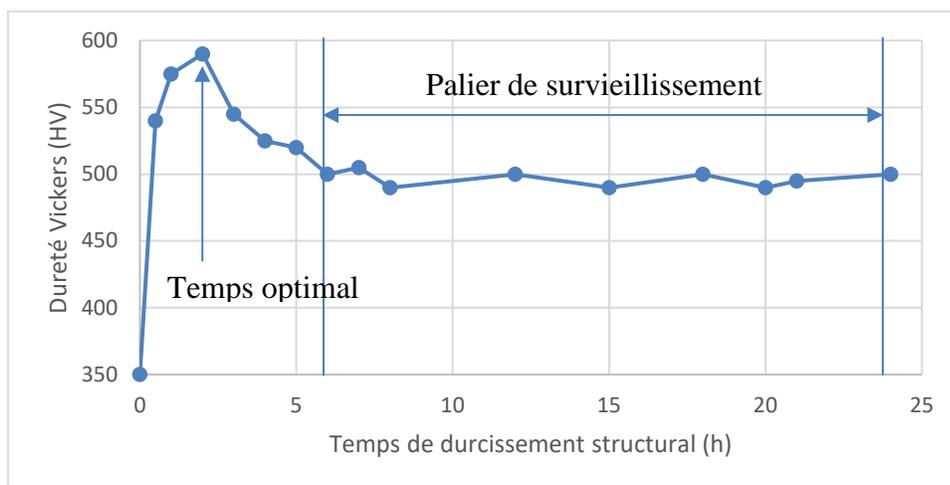


Figure 86. Exemple de comportement de durcissement structural.  
Inspiré de Guo *et al.* (2019)

La variation de dureté expérimentalement observée lors des essais de caractérisation du traitement thermique (tableau 16) représente un écart-type de 1,7 HRC, avec une valeur de 6,5 HRC entre extremums. Cette variation peut avoir différentes explications. La première et la moins importante est la précision de la machine (0,1 HRC annoncé par le constructeur). Les deux explications les plus probantes sont une inhomogénéité des blocs et un état de surface non parfaitement poli. En effet, les blocs ayant servi aux mesures de dureté ont été polis juste en sortie de mise en solution solide afin de ne pas user prématurément les outils d'usinage. Un polissage après durcissement structural se serait heurté à une dureté de 50 HRC. Or une fine couche de calamine se forme lors du durcissement structural. Son épaisseur variable peut faire varier la dureté superficielle. Il est également possible que les propriétés mécaniques locales d'une pièce varient d'un endroit à un autre. Cette hypothèse d'inhomogénéité des pièces est appuyée par les variations obtenues lors des essais de traction. Elle est développée dans la section 4.3.2.4 « Homogénéité du matériau en sortie d'impression ».

#### 4.3.2.3 Essais de traction

Le tableau 17 résume les résultats des six essais de traction menés à la suite du traitement thermique. La résistance élastique moyenne vaut environ 1 420 MPa et la résistance mécanique moyenne vaut environ 1 660 MPa. Toutefois, pour ces deux résistances, il y a environ 110 MPa entre les valeurs extrêmes obtenues. L'allongement à la rupture vaut environ 12,3 % avec un écart-type de 0,9 %. Habituellement, cet écart-type est moins élevé, il est ici représentatif de la différence entre extrema mesurée (2,2 %). On peut tout de même établir que le MS1 traité thermiquement présente un allongement à rupture typique d'un matériau ductile. De ce fait, le facteur d'état de surface possède moins d'influence sur la durée de vie en fatigue des pièces par rapport à un matériau fragile.

Dans la littérature, les différents durcissements structuraux sont habituellement associés aux duretés obtenues à leur issue. Lorsque les valeurs de résistance sont fournies,

les études portent essentiellement sur la maximisation des performances mécaniques, ce qui n'est pas notre cas. Ainsi notre durcissement structural n'a pas été caractérisé en termes de résistances élastique et mécanique par la littérature. Nous ne pouvons donc pas vérifier les valeurs de résistance obtenues. Notons qu'il existe une corrélation positive entre la résistance mécanique et la dureté, et que la dureté mesurée a été vérifiée.

Les variations observées dans les résistances et l'allongement à rupture peuvent avoir deux explications : une inhomogénéité du traitement thermique et une inhomogénéité des pièces en sortie d'impression. L'inhomogénéité du traitement thermique n'est pas considérée comme valable, car les pièces sont proches et posées sur le même support métallique dans le four lors d'un unique traitement thermique. L'hypothèse retenue est donc l'inhomogénéité du matériau, développée dans la section suivante.

#### 4.3.2.4 Homogénéité du matériau en sortie d'impression

La figure 87 présente une macrographie de trois éprouvettes de traction issues de la même impression. Visuellement, ces trois éprouvettes n'ont pas le même aspect. Cela est un fort indice d'une certaine inhomogénéité des pièces lors d'une même impression avec pourtant les mêmes paramètres d'impression. Cette inhomogénéité, visuellement observable uniquement avant la mise en solution solide, peut avoir différentes causes. Le placement des pièces sur la plaque d'impression peut engendrer des répartitions de chaleur différentes pour chaque pièce et donc des temps de refroidissement différents. Il peut également engendrer des différences dans la composition des pièces, car les gaz sont toujours évacués dans le même sens. L'atmosphère de composition de la pièce peut donc changer en fonction du placement des pièces. Des particules rejetées lors de la fusion peuvent aussi être entraînées par le flux gazeux et être menées vers d'autres pièces. Enfin, Pal *et al.* (2021) ont montré que la densité des pièces et que la taille moyenne des grains de poudre utilisés pour une pièce sont dépendantes de l'emplacement sur la plaque d'impression.

Ainsi, l'état de surface et les propriétés mécaniques peuvent varier selon l'emplacement sur la plaque d'impression même si la façon de supporter les pièces et les paramètres d'impression sont identiques.

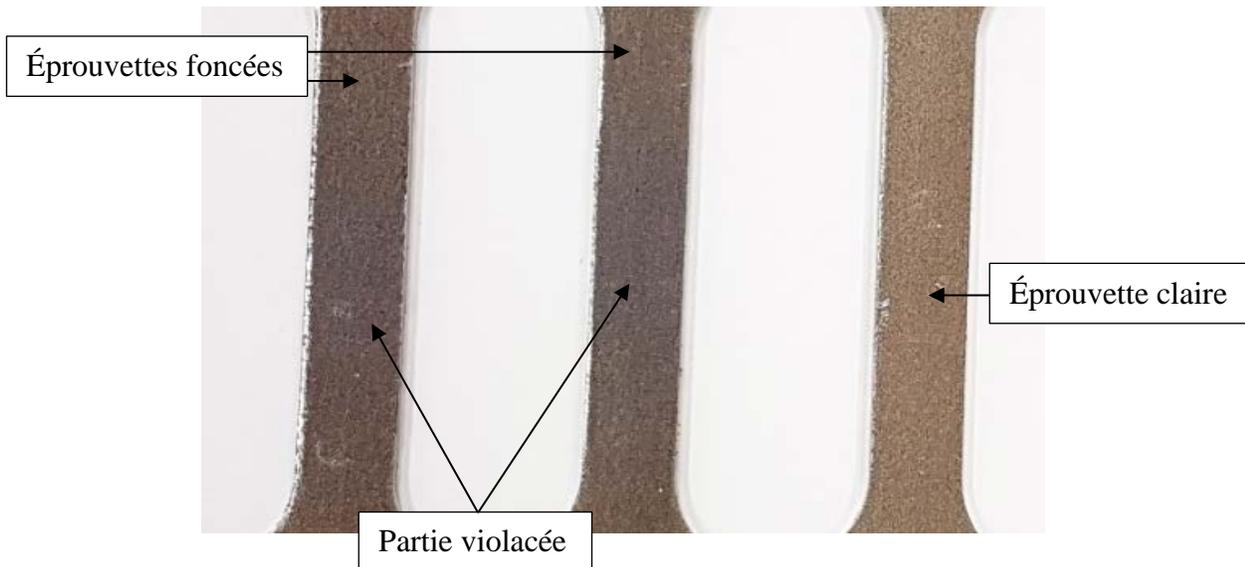


Figure 87. Macrographie de trois éprouvettes de traction issues de la même impression

#### 4.4 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE AVANT ET APRÈS TRAITEMENT CHIMIQUE

Dans cette section, la vérification du traitement thermique sera analysée. Ensuite viendront les études des essais de traction et de fatigue sur les deux modèles d'éprouvettes avec entailles. En fatigue, les zones d'endurance illimitée, limitée et les types de ruptures seront abordés.

##### 4.4.1 Vérification du traitement chimique

L'observation visuelle des pièces (figures 67 à 69 et tableau 23) ne permet pas de déterminer si le traitement chimique est terminé. En effet, l'élimination totale de la calamine n'est pas détectable, notamment en fond de vallées, à cause de taches noires (noircissement

dû au décapage) et colorées (séchage inhomogène, incrustation de précipités bleus d'inhibiteur de corrosion). La source de notre bain acide : Tytgat *et al.* (1989), utilise l'observation visuelle pour caractériser les surfaces obtenues. Toutefois, l'usage d'installations industrielles avec une meilleure agitation doit permettre d'éviter le problème des taches qui apparaissent. Les exemples fournis sont aussi à plus haute température (45-50 °C), ce qui pourrait permettre une élimination des taches après leur création.

Une autre méthode non destructive de détermination de fin de traitement chimique est la vérification de la masse perdue par la pièce.

#### 4.4.1.1 Perte de masse optimale

Afin de vérifier les prédictions faites à l'aide du suivi des concentrations, il est possible d'effectuer un suivi de la masse des pièces et ainsi savoir quand arrêter le traitement chimique. La détermination préalable d'un temps optimal n'est pas toujours suffisante. En effet, des variations dans les vitesses d'attaques peuvent apparaître lorsque certains paramètres tel que l'agitation du bain ne sont pas suffisamment contrôlés. La perte de masse optimale de la pièce peut être déterminée grossièrement à l'aide de la connaissance de sa superficie et de son état de surface. La connaissance de coupons étalons permettrait d'extrapoler le comportement de la pièce tout entière, en vérifiant que les surfaces avec un bon état de surface initial ne sont pas trop attaquées une fois décapées. L'idéal reste tout de même un test de la réalité qui sera visée lors des tests suivants.

Dans notre cas, nous avons utilisé un suivi de masse plus régulier (figure 65) pour observer la vitesse d'attaque et arrêter le traitement lorsque cette vitesse diminue, signe que le décapage se termine et que le polissage commence. La perte de masse prévue à l'aide des coupons d'attaque chimique était de 3 grammes, en ne prenant pas en compte l'état de surface, mais uniquement la superficie. Les pertes de masse moyennes observées valent 386 mg et 324 mg pour les deux modèles d'éprouvettes de fatigue. Les micrographies,

figures 71 à 74, montrent que le modèle U a bien été décalaminé, mais que le modèle V ne l'a pas été entièrement. Pourtant les deux modèles ont vu leur masse diminuer plus que prévu, cela est dû à la non-prise en compte de l'état de surface. L'état de surface en fond d'entaille du modèle V étant extrêmement mauvais, la couche de calamine à retirer est bien plus importante que celles observées sur les coupons de traitement chimique.

Lors de la qualification du traitement chimique, l'observation macroscopique et le suivi de masse ne sont pas suffisants. Ainsi on a effectué des micrographies en coupe pour qualifier l'attaque chimique subie par les pièces. Ces micrographies permettent d'observer les défauts d'état de surface présents et la calamine restante lorsque le décapage a été moins efficace. Dans la littérature, les pièces ayant subi une attaque chimique sont caractérisées par :

- Des images au microscope électronique à balayage
- Le suivi de la perte de masse
- Des mesures de rugosité de surface
- Des images au microscope à force atomique (Zhang *et al.*, 2019)
- Des micrographies observées au microscope optique (Bezuidenhout *et al.*, 2020)
- Des observations visuelles de la pièce
- Des observations du profil de la surface et de sa rugosité au profilomètre optique (P. Tyagi *et al.*, 2019)

Lors de l'étude du traitement chimique des éprouvettes de fatigue, l'observation visuelle, le suivi de la perte de masse et les micrographies au microscope optique nous ont permis de qualifier qualitativement le traitement effectué. Des mesures de rugosité de surface auraient été nécessaires pour une qualification quantitative. Toutefois, ces mesures sont complexes à effectuer, car la surface intéressante est courbée en fond d'entaille.

#### 4.4.2 Essais de traction

Afin de vérifier que les traitements thermiques sont identiques et que le traitement chimique n'engendre pas de fragilisation par l'hydrogène évidente, des essais de traction ont été effectués sur les éprouvettes entaillées.

##### 4.4.2.1 Fragilisation par l'hydrogène

Les courbes en ANNEXE IV et les résultats des essais de traction (tableau 24) ne montrent pas de signe de fragilisation par l'hydrogène évidente. Selon les essais de traction de Kwon *et al.* (2019) et Santos *et al.* (2015), les éprouvettes traitées chimiquement fragilisées devraient présenter une résistance mécanique ou un allongement à rupture grandement diminués. Cela n'exclut pas entièrement la possibilité de fragilisation par l'hydrogène, mais diminue cette possibilité. En effet, une faible concentration en hydrogène peut suffire à induire une fragilisation selon Ramamurthy et Atrens (2013). Toutefois, l'acier maraging à 18 % de nickel reste moins susceptible à ce phénomène que les autres aciers à haute résistance (Mutua *et al.*, 2018; Poornima *et al.*, 2010; Rezek *et al.*, 1997). Celui-ci est également traité chimiquement entre la mise en solution solide et le durcissement structural, ce qui permet de minimiser la fragilisation par l'hydrogène pouvant se produire (Kwon *et al.*, 2019; Rezek *et al.*, 1997; Santos *et al.*, 2015). À des fins d'analyse et de comparaison, la quantité d'hydrogène piégée dans l'acier lors du traitement chimique peut être mesurée par spectrométrie de masse de thermodésorption. Avec cette technique, il est possible d'étudier l'impact de l'hydrogène sur la résistance mécanique de l'acier maraging, comme l'ont fait Kwon *et al.* (2019) qui ont volontairement chargé en hydrogène des échantillons avant d'effectuer des tests de traction.

#### 4.4.2.2 Homogénéité des traitements thermiques effectués

Pour les deux modèles d'éprouvettes avec entailles, la résistance ultime (mesurée par la charge ultime divisée par la section initiale en fond d'entaille) des éprouvettes traitées chimiquement est plus grande : environ 100 MPa pour le modèle U et 140 MPa pour le modèle V. Les allongements à la rupture passent de 2,5 % à 2,8 % pour le modèle U et de 1,6 % à 1,7 % pour le modèle V. Ces résultats peuvent être retrouvés dans le tableau 24.

Un test de Student (ou test t) avec un seuil de signification de 0,05 (5 %) est effectué avec le logiciel Minitab. Il permet de déterminer si deux groupes indépendants (ici les éprouvettes traitées chimiquement et les non traitées) ont des moyennes qui diffèrent statistiquement. Le test indique que les moyennes sont statistiquement différentes pour le modèle U ( $P = 0,000 \leq 0,05$  pour la résistance mécanique et l'allongement à rupture). Pour le modèle V, on a  $P = 0,003 \leq 0,05$  pour la résistance mécanique et  $P = 0,016 \leq 0,05$  pour l'allongement à rupture. Les moyennes du modèle V sont donc aussi statistiquement différentes. Les tests statistiques sont aussi effectués sur les forces appliquées et aboutissent aux mêmes conclusions. Cela indique que le changement de section dû au traitement chimique n'est pas, ou très peu, en cause. On peut donc conclure que les éprouvettes non traitées chimiquement et celles traitées chimiquement n'ont pas subi des traitements thermiques équivalents. Elles n'ont donc pas un comportement mécanique équivalent. L'inhomogénéité des éprouvettes ne peut pas être ici mise en cause, car celle-ci est prise en compte dans la variation des résultats.

#### 4.4.3 Essais de fatigue

Lors de l'analyse des micrographies des figures 71 à 74, on observe que le traitement chimique a été plus efficace pour le modèle U que pour le modèle V d'éprouvettes entailées. Le modèle V présente encore de la calamine en fond d'entaille. L'amélioration d'état de surface est donc potentiellement plus importante pour le modèle U, qui pourrait ainsi

présenter une plus grande amélioration dans sa résistance en fatigue. C'est en effet ce qui est observé avec les limites d'endurance infinies qui ont été déterminées. Toutefois, rappelons que les éprouvettes traitées chimiquement possèdent de meilleures caractéristiques mécaniques après traitement thermique et que l'amélioration est plus importante pour le modèle V. En revanche, le coefficient effectif de concentration de contrainte est supposé plus important pour le modèle V, car il possède un plus petit rayon de courbure. Il est donc possible, mais non certain que l'amélioration de la résistance en fatigue soit plus importante pour le modèle V. En conclusion, il est nécessaire de quantifier l'impact du traitement thermique sur la durée de vie en fatigue pour déterminer l'incidence du traitement chimique sur cette durée de vie.

#### 4.4.3.1 Étude théorique de la fatigue en zone d'endurance illimitée

Selon Itterbeek (1998), la limite d'endurance théorique à 50 % de fiabilité et pour un rapport de contrainte de  $R = -1$  d'une pièce est déterminée à l'aide de la formule suivante :

$$\sigma_D = (\sigma_D' K_p) \left( \frac{K_e K_s K_c K_d K_{ts}}{K_f} \right)$$

avec

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_D \text{ limite d'endurance illimitée en traction alternée} \\ \sigma_D' \text{ limite d'endurance illimitée en flexion rotative} \\ K_p \text{ coefficient de sollicitation} \\ K_e \text{ coefficient d'effet d'échelle} \\ K_s \text{ coefficient d'effet de surface} \\ K_c \text{ coefficient de corrosion} \\ K_d \text{ coefficient de température} \\ K_{ts} \text{ coefficient de traitement de surface} \\ K_f \text{ coefficient effectif de concentration de contrainte} \end{array} \right. \quad (9)$$

Selon la même source, on a également à 50 % de fiabilité :

$$\sigma_D' = R_m(0,58 - 1,1 \cdot 10^{-4} R_m)$$

avec  $\begin{cases} \sigma_D' \text{ limite d'endurance illimitée en flexion rotative (MPa)} \\ R_m \text{ résistance mécanique (MPa)} \end{cases}$  (10)

Nous allons ici déterminer les différents coefficients impactant la durée de vie en fatigue afin de qualifier le comportement en fatigue du MS1. Nous pourrions ainsi déterminer le facteur associé au traitement chimique. Les paramètres qui dépendent du traitement thermique sont  $\sigma_D'$  (équation (10)) et  $K_f$  (équation (11)). Les paramètres qui dépendent du traitement chimique sont  $K_s$  et  $K_{ts}$ .

On a également pour toutes les éprouvettes :

$$\begin{cases} K_p = 0,9 \text{ en traction - compression} \\ K_e = 1 \text{ en traction - compression} \\ K_c = 1 \text{ car pas de corrosion} \\ K_d = 1 \text{ car la température } t : 0 \leq t \leq 80 \text{ }^\circ\text{C} \end{cases}$$

#### a) Détermination de la limite d'endurance illimitée théorique des éprouvettes entaillées

Un allongement à rupture supérieur à 5 % est souvent considéré comme définition arbitraire d'un matériau ductile. De plus, on considère ordinairement que la présence d'entaille non pointue ne diminue pas la résistance mécanique d'un matériau ductile sous un chargement statique et que la contrainte maximale est égale à la charge maximale appliquée divisée par la section initiale (Pilkey, 1997). Ainsi, on considère que la charge ultime déterminée lors des essais de traction sur éprouvettes entaillées fournit directement leur résistance mécanique  $R_m$ . Avec Itterbeek (1998), on calcule alors les limites d'endurance illimitées en flexion rotative suivantes :

Tableau 40

Détermination des limites d'endurance illimitées théoriques

	Résistance mécanique $R_m$ (mesurée)	Limite d'endurance illimitée en flexion rotative $\sigma_D'$ (théorique, équation (10))
Modèle U non traité chimiquement	1 756 MPa	679 MPa
Modèle U traité chimiquement	1 854 MPa	697 MPa
Modèle V non traité chimiquement	1 669 MPa	662 MPa
Modèle V traité chimiquement	1 811 MPa	690 MPa

Les éprouvettes traitées chimiquement présentent une amélioration de résistance mécanique de 5,6 % (modèle U) et de 8,5 % (modèle V). Cette amélioration se répercute sur les limites d'endurance illimitées calculées à l'aide de l'équation (10). Ainsi, le modèle U traité chimiquement a une endurance illimitée théorique améliorée de 2,7 % et le modèle V de 4,2 %.

**b) Détermination du coefficient effectif de concentration de contraintes des éprouvettes**

Le coefficient effectif de concentration de contrainte  $K_f$  est déterminé avec le modèle de Peterson à partir des équations suivantes (Itterbeek, 1998) :

$$K_f = 1 + q (K_t - 1)$$

$$q = \frac{1}{1 + \frac{a}{r}}$$

$$a = \left( \frac{270}{R_m} \right)^{1,78} \quad (11)$$

avec  $\begin{cases} R_m \text{ résistance mécanique (MPa)} \\ r \text{ rayon en fond d'entaille (mm)} \end{cases}$

Le coefficient de concentration de contrainte  $K_t$  dépend de la géométrie des éprouvettes et du type de contrainte appliqué. Il est calculé avec la « Table 17.1 Stress concentration factors for elastic stress (Kt) » de Roark, Young, et Budynas (2002) pour le modèle U. Il est calculé à partir de Noda, Sera, et Takase (1995) pour le modèle V. On obtient  $K_t = 2,13$  pour le modèle U et  $K_t = 2,85$  pour le modèle V. Ces valeurs sont vérifiées par simulation numérique. On peut maintenant calculer les valeurs de coefficients effectifs de concentration de contrainte  $K_f$  (voir tableau 41).

*c) Estimation du facteur  $C = K_s K_{ts}$  des éprouvettes entaillées à partir de la résistance mécanique et la limite d'endurance obtenues expérimentalement*

La multiplication des coefficients d'effet de surface  $K_s$  et de traitement de surface  $K_{ts}$  est le facteur recherché afin de savoir si le traitement chimique est bénéfique ou néfaste pour la durée de vie des pièces. En effet, l'amélioration de l'état de surface augmente  $K_s$  et la fragilisation par l'hydrogène diminue  $K_{ts}$ . À l'aide de l'équation (9), on peut maintenant déterminer les facteurs réels  $C = K_s K_{ts}$  associés à chaque type d'éprouvette. Le tableau suivant résume les valeurs calculées.

Notons que pour obtenir ces valeurs, nous avons utilisé les  $\sigma_D$  mesurées expérimentalement à  $R = 0,1$  (voir tableau 27) alors qu'en théorie, le modèle demande les valeurs à  $R = -1$ . Si nous l'avions fait, nous aurions utilisé le diagramme de Goodman, qui est une approche linéaire pour corriger nos données. Cela n'aurait pas eu d'impact sur les variations relatives obtenues sur le produit  $K_s K_{ts}$ .

Tableau 41

Valeurs des coefficients effectifs de concentration de contraintes et des facteurs  $K_s K_{ts}$ 

	Coefficient effectif de concentration de contrainte $K_f$ (théorique)	Facteur $K_s K_{ts}$ (déduit)
Modèle U non traité chimiquement	2,061	0,183
Modèle U traité chimiquement	2,064	0,230
Modèle V non traité chimiquement	2,581	0,159
Modèle V traité chimiquement	2,597	0,165

Le facteur  $C = K_s K_{ts}$  est un coefficient multiplicateur de la limite d'endurance illimitée. Plus le facteur  $C$  est grand et plus la limite d'endurance est grande. Ici, le traitement chimique du modèle U d'éprouvette de fatigue a mené à une augmentation de 25,68 % du facteur  $C$ . Le traitement chimique du modèle V n'a mené qu'à une amélioration de 3,77 %. Cette différence d'amélioration provient au moins partiellement du traitement chimique incomplet. En effet, on a vu par observation micrographique que le décapage du modèle V n'était pas tout à fait terminé. Un test sur plusieurs lots d'éprouvettes aux traitements thermiques identiques, un entièrement et les autres plus ou moins partiellement décapés, permettrait de déterminer l'impact du décapage partiel. Par ailleurs, n'oublions pas que même si l'inverse est usuellement considéré pour notre matériau, la résistance mécanique des éprouvettes dépend légèrement de la forme de l'entaille. Les résistances mécaniques  $R_m$  considérées engendrent donc des variations dans les améliorations obtenues.

Le tableau 42 récapitule les différentes améliorations relatives observées après traitement chimique. L'amélioration réelle est plus grande ( $\sigma_D$ ) que l'amélioration calculée due à l'état de surface ( $C = K_s K_{ts}$ ), alors que la théorie est censée prendre en compte la variation due aux traitements thermiques inégaux (par le calcul théorique de  $\sigma_D'$ ). Si on reprend les calculs précédents avec la supposition que les éprouvettes ont toutes les résistances mécaniques maximales mesurées : soit 1 854 MPa pour le modèle U et 1 811 MPa

pour le modèle V, on arrive à des améliorations du facteur  $C = K_s K_{ts}$  de 28,61 % pour le modèle U et de 7,56 % pour le modèle V, identiques aux améliorations mesurées dans la réalité. On peut alors penser que les variations obtenues entre le modèle théorique et la réalité proviennent en partie de la limite d'endurance illimitée en flexion rotative utilisée, et donc de l'inhomogénéité des traitements thermiques effectués. Il est aussi probable qu'une partie des différences d'amélioration précédemment déduites provienne de l'incertitude sur la limite d'endurance illimitée mesurée, peu précise par rapport au modèle car estimée à partir de seulement sept éprouvettes.

Tableau 42  
Récapitulatif des améliorations relatives obtenues

	Modèle U	Modèle V
Résistance mécanique mesurée $R_m$	5,58 %	8,50 %
Limite d'endurance illimitée théorique en flexion rotative $\sigma_D'$	2,65 %	4,22 %
Coefficient effectif de concentration de contrainte théorique $K_f$	0,15 %	0,62 %
Limite d'endurance illimitée mesurée $\sigma_D$	28,61 %	7,56 %
Facteur déduit $C = K_s K_{ts}$	25,68 %	3,77 %

Ces résultats montrent que la différence entre les limites d'endurance illimitée mesurées expérimentalement ne s'explique pas seulement à partir des différences entre les résistances mécaniques. Il y a un effet dû au traitement chimique.

Enfin, la fragilisation par l'hydrogène ne semble pas avoir eu d'impact, car le modèle U a été traité chimiquement pendant 30 heures et possède une claire amélioration de sa durée de vie en fatigue. Notons que le modèle V a le même comportement, mais qu'il n'a été traité chimiquement que pendant seulement 23 heures.

De cette étude, on peut conclure que le traitement chimique a présenté un avantage en endurance illimitée (deux millions de cycles considérés), avec une amélioration de l'état de surface et une amélioration de 25,7 % de la limite d'endurance illimitée pour le modèle U. À contrario, le traitement chimique du modèle V n'a mené qu'à une amélioration de 3,8 % de la limite d'endurance illimitée. On suppose que cette baisse significative est causée par un décapage partiel du modèle V, qui présente alors peu d'intérêt.

Une étude effectuée avec des traitements thermiques et chimiques identiques pourrait permettre de quantifier l'impact réel du traitement chimique sur la valeur d'endurance illimitée de l'acier maraging, certainement compris entre les deux valeurs obtenues.

#### 4.4.3.2 Étude de la fatigue en zone d'endurance limitée

En zone d'endurance limitée, la contrainte alternée et la durée de vie sont liées par une relation logarithmique. Les courbes expérimentales des figures 77 et 78 confirment cette relation. En travaillant avec la durée de vie en échelle logarithmique, on établit une relation linéaire. Toutefois, on perd le caractère linéaire de la relation lorsque l'on sort de la zone d'endurance limitée. Dans notre cas, le non-respect du test de Snedecor sur la précision de la relation linéaire montre que certains des points pris en compte sont compris dans la zone transitoire avec le domaine d'endurance illimitée ou dans celle du domaine de fatigue oligocyclique. L'analyse des courbes S-N d'une barre entaillée ( $K_t = 2,2$ ) en acier maraging à 18 % de nickel montre que la zone transitoire avec le domaine d'endurance illimitée se situe entre  $5 \cdot 10^5$  et  $10^6$  cycles ("Properties and Selection: Irons and Steels," 1978). De plus, rappelons que pour les éprouvettes de type U traitées chimiquement, le niveau de contrainte le moins élevé utilisé pour tracer la partie linéaire de la courbe S-N a abouti à des ruptures et à des non-ruptures. C'est-à-dire qu'il a été utilisé pour déterminer la pente du domaine d'endurance limitée et la limite d'endurance illimitée à travers la méthode de l'escalier. On réitère donc le test de Snedecor en ne considérant pas le niveau de contrainte le plus bas, qui se situe dans une zone de transition entre l'endurance limitée et l'endurance illimitée.

Le test de Snedecor à 95 % de confiance sur les trois niveaux de contrainte les plus élevés est validé pour les éprouvettes modèles U et V, traitées chimiquement ou non. Les droites qui y sont associées sont présentes dans les figures 88 et 89. On y observe que dans le domaine d'endurance limitée, le traitement chimique ne présente pas d'impact sur la durée de vie. En effet, même avec des traitements thermiques favorisant les éprouvettes traitées

chimiquement, les droites associées sont presque superposées. Nous sommes loin des 28,6 % et 7,6 % d'amélioration obtenus pour les limites d'endurance illimitées.

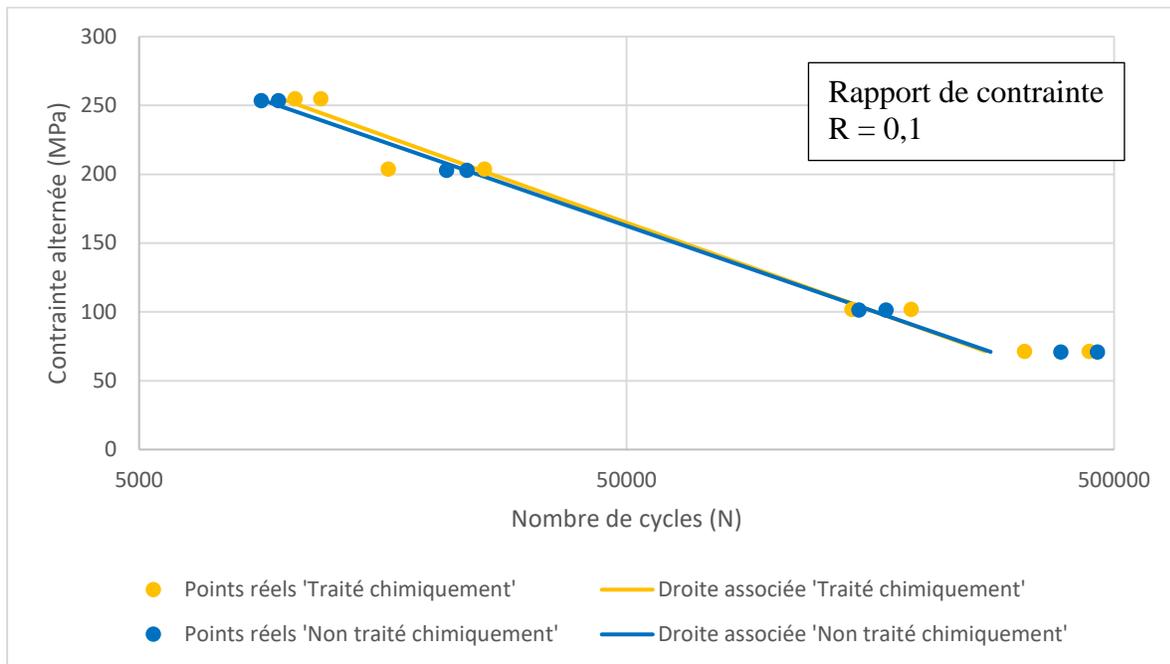


Figure 88. Courbes d'endurance limitée pour le modèle U

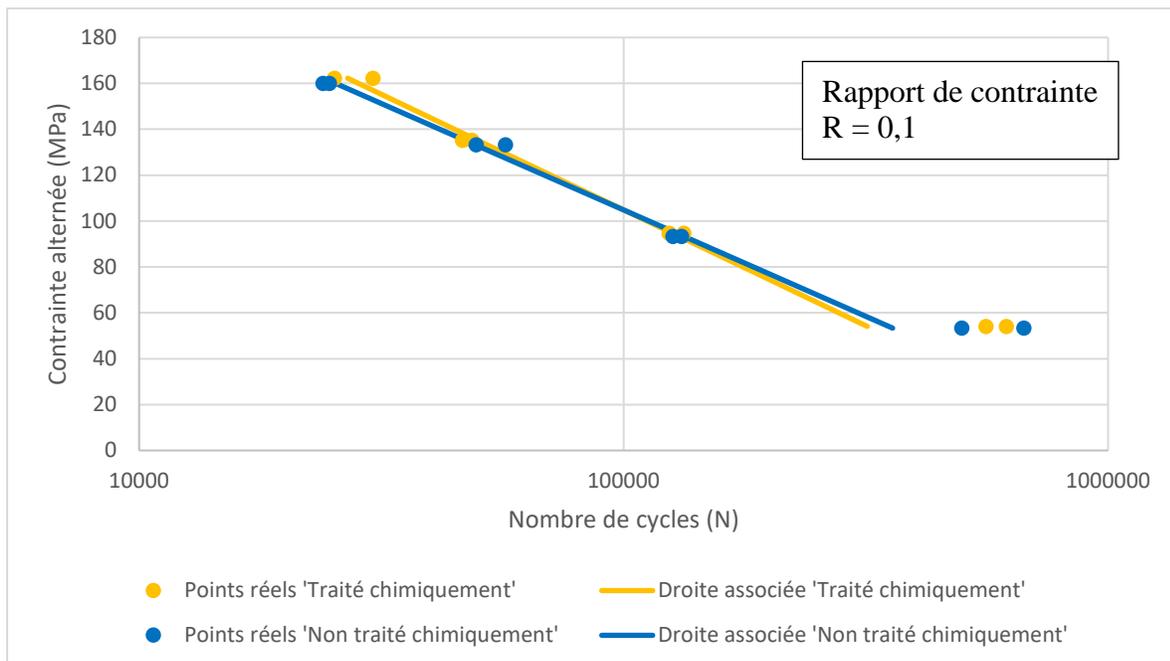


Figure 89. Courbes d'endurance limitée pour le modèle V

L'équation (4) est la formule de calcul des droites moyennes en endurance limitée. Avec la prise en compte des trois premiers niveaux de contrainte, les coefficients changent. Ils sont fournis avec le tableau 43. Pour rappel, le facteur Alpha représente le point de départ de la droite et le facteur Beta sa pente. Le tableau 44 présente les variations de ces coefficients entre les éprouvettes non traitées chimiquement et les éprouvettes traitées.

Tableau 43

Coefficients des équations des droites moyennes corrigées en endurance limitée ( $R = 0,1$ )

Modèle d'éprouvette	U		V	
	Non	Oui	Non	Oui
Traitement chimique				
Alpha	3,013	2,999	3,065	3,020
1000 * Beta	- 2,042	- 1,969	- 2,695	- 2,479

On remarque que les éprouvettes traitées chimiquement perdent légèrement en résistance à bas nombre de cycles, alors qu'elles présentent une résistance mécanique plus élevée. Cela pourrait être le signe d'une fragilisation par l'hydrogène. En revanche, leurs pentes sont plus faibles. Cela pourrait indiquer que le traitement chimique gagne en efficacité avec le nombre grandissant de cycles. Les variations observées sont très faibles. Un test avec des traitements thermiques identiques permettrait de déterminer si ces variations sont dues à la fragilisation par l'hydrogène ou à des phénomènes aléatoires.

Tableau 44

Variations des coefficients des équations des droites moyennes corrigées ( $R = 0,1$ )

	Modèle d'éprouvette			
	U		V	
	Amélioration absolue	Amélioration relative	Amélioration absolue	Amélioration relative
Alpha	- 0,014	- 0,5 %	- 0,046	- 1,5 %
1000 * Beta	0,073	3,7 %	0,216	8,7 %

De cette étude, on ne peut pas conclure avec certitude sur l'avantage du traitement chimique en endurance illimitée. Toutefois, il semble que l'amélioration d'état de surface gagne en importance au fur et à mesure que le nombre de cycles augmente, ce qui concorde avec la littérature.

#### 4.4.3.3 Types de ruptures

Le recensement et l'observation des faciès de ruptures afin de les catégoriser en trois types de ruptures ont montré que le traitement chimique n'a pas d'impact sur le type de rupture le plus fréquent, soit une fissuration débutant sur le plus mauvais état de surface des éprouvettes. Toutefois, le modèle V traité chimiquement présente moins de ruptures avec arrachement de matière que le modèle V non traité. C'est-à-dire que peu d'éprouvettes traitées ont vu une fissure apparaître sur le côté avec un bon état de surface. Les observations micrographiques (figure 73) montrent que le traitement chimique a été efficace et a entièrement retiré la calamine sur ce côté. Les résultats semblent donc indiquer que le traitement chimique diminue le risque d'initiation de fissure.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

### SOMMAIRE

En conclusion, ce travail de recherche a contribué à l'élaboration et à la vérification d'un traitement thermique et d'un traitement chimique pour le MS1. Le traitement thermique, composé d'une phase de mise en solution solide à 940 °C pendant deux heures et d'une phase de durcissement structural à 540 °C pendant quatre heures, permet l'obtention de bonnes caractéristiques mécaniques (50 HRC) tout en restant usinable. Ainsi, l'objectif de choix et mise en application du traitement thermique est satisfait. Le traitement chimique, effectué dans une solution aqueuse d'acides chlorhydrique, nitrique et phosphorique, est efficace pour le décalaminage. Le contrôle de la concentration en fer dissous par l'ajout d'un inhibiteur de corrosion, le ferrocyanure de potassium, permet de fortement diminuer l'apparition de piqûres de corrosion. Toutefois, celui-ci empêche également d'obtenir un polissage efficace. L'état de surface à l'issue du décalaminage reste meilleur que celui brut d'impression. De ce fait, l'objectif de choix et mise en application du traitement chimique n'est que partiellement atteint, avec un décapage satisfaisant, mais un polissage inefficace.

Le retrait de la couche de calamine et la légère amélioration d'état de surface permettent l'amélioration de la résistance en endurance illimitée des éprouvettes traitées chimiquement, de 26 % et de 4 % pour les deux modèles étudiés. Ces modèles représentent les deux rayons de courbure d'un canal de refroidissement. On en déduit que le traitement chimique permet l'amélioration de la résistance en endurance illimitée d'un canal de refroidissement. En endurance limitée, la comparaison des deux modèles, traités chimiquement ou non, n'a pas permis de montrer un réel avantage du traitement chimique ou la présence de fragilisation par l'hydrogène. On peut en conclure que le troisième objectif de cette recherche : l'étude de

l'influence du traitement chimique sur la résistance en fatigue est atteint pour le domaine d'endurance illimitée, mais pas pour le domaine d'endurance limitée.

## **CONTRIBUTIONS**

En plus du développement des recettes de traitement thermique et de traitement chimique, ce projet de recherche a contribué à la caractérisation du comportement de l'acier maraging 18Ni300 face au traitement chimique et du comportement de l'inhibiteur de corrosion face aux éléments d'alliage dissous dans le bain acide. Par ailleurs, une courte étude électrochimique a permis de développer et d'évincer des pistes de recherche pour le développement futur d'un polissage plus efficace dans le bain acide. Il en ressort que la voltampérométrie linéaire n'est pas appropriée pour l'amélioration du polissage, mais que l'étude des potentiels en circuit ouvert pourrait présenter un intérêt. En effet, l'objectif actuel n'est pas de qualifier la vitesse d'attaque du bain acide mais de trouver un critère de formation des piqûres de corrosion. La teneur en fer dissous, qui influe sur le potentiel mesuré, pourrait être ce critère. Le quatrième objectif du projet, ou l'étude exploratoire pour l'amélioration du traitement chimique, est donc satisfait.

## **TRAVAUX FUTURS**

Le travail effectué a permis de montrer sur des éprouvettes que la durée de vie en fatigue pouvait être améliorée avec un décalaminage. Le développement d'un procédé de polissage n'engendrant pas de piqûres de corrosion pourrait permettre d'augmenter plus encore la durée de vie des pièces, dans le domaine d'endurance illimitée et dans le domaine d'endurance limitée, si le polissage n'engendre pas plus de fragilisation par l'hydrogène.

Afin de quantifier l'impact du décalaminage sur les propriétés mécaniques de l'acier maraging 1, il serait intéressant d'effectuer une série de tests en fatigue et en statique plus

importante, avec un unique traitement thermique et un unique traitement chimique. L'unicité des traitements permettrait de faciliter leur qualification et de diminuer certains biais engendrant des variations comportementales de l'acier.

Le développement du procédé de polissage pourrait être effectué à l'aide de la mesure des potentiels en circuit ouvert pour plusieurs teneurs en fer dissous et plusieurs durées de polissage. Ces mesures seraient accompagnées d'une analyse au microscope électronique à balayage du faciès de surface et d'une vérification de l'absence de piqûres de corrosion. L'ajout d'un tensioactif dans le bain pourrait permettre d'améliorer l'homogénéité de l'attaque chimique. Enfin, si les paramètres sont suffisamment contrôlés, l'augmentation de la température du bain pourrait permettre d'accélérer les réactions en vigueur et donc d'avoir un polissage plus rapide.

Parallèlement à l'établissement de la recette de polissage chimique, un protocole de circulation du flux acide dans un canal de refroidissement pourrait être élaboré. Celui-ci permettrait d'établir les équivalences entre traitement chimique dans un bain et traitement chimique d'un canal ou d'une cavité intérieure.

Enfin, le traitement thermique sous atmosphère contrôlée, et particulièrement la mise en solution solide, pourrait être envisagé afin d'éviter la formation de calamine tout en réduisant l'anisotropie et les traces d'impression des pièces. Un point d'attention important concernerait alors le contrôle de la température, qui s'est avéré complexe lors de notre étude. Il serait alors intéressant de comparer la résistance des pièces obtenues avec celle des pièces décapées chimiquement. Un polissage chimique pourrait également suivre, améliorant l'état de surface tout en évitant la part de fragilisation par l'hydrogène due au décapage.



## **ANNEXE I**

### **Randomisation des traitements thermiques**

Afin d'éviter une perte de toutes les éprouvettes en cas de soucis technique lors d'un traitement thermique, celles-ci ont été séparées en plusieurs lots lors des mises en solution solide et durcissements structuraux. Un générateur de nombres aléatoires a été utilisé afin de randomiser les éprouvettes présentes dans chaque lot. Le tableau I.1 présente la randomisation des éprouvettes de fatigue de modèle U et le tableau I.2 celle du modèle V. Pour les deux modèles, quatre mises en solution solide et quatre durcissements structuraux ont été effectués. Ils sont numérotés de 1 à 4 pour chaque modèle et pour chaque traitement.

Tableau I.1

## Randomisation des éprouvettes de fatigue modèle U

Modèle U non traité chimiquement				Modèle U traité chimiquement			
Expérience	Éprouvette	Mise en solution solide	Durcissement structural	Expérience	Éprouvette	Mise en solution solide	Durcissement structural
1	55	4	1	26	49	4	4
2	43	3	2	27	34	3	4
3	17	1	1	28	50	4	3
4	20	1	1	29	31	3	4
5	36	3	2	30	32	3	3
6	35	3	2	31	53	4	3
7	39	3	2	32	45	4	4
8	2	1	1	33	41	3	4
9	54	4	2	34	30	3	4
10	22	1	1	35	24	1	3
11	47	4	2	36	60	4	3
12	59	4	2	37	58	4	3
13	16	1	1	38	51	4	3
14	14	1	1	39	56	4	4
15	57	4	2	40	23	1	3
16	38	3	2	41	19	1	4
17	37	3	1	42	29	3	3
18	18	1	2	43	40	3	3
19	25	2	1	44	28	2	4
20	13	1	1	45	52	4	4
21	1	1	1	46	26	2	4
22	15	1	1	47	21	1	3
23	33	3	2	48	44	3	4
24	42	3	2	49	48	4	4
25	27	2	1	50	46	4	3

Tableau I.2

## Randomisation des éprouvettes de fatigue modèle V

Modèle V non traité chimiquement				Modèle V traité chimiquement			
Expérience	Éprouvette	Mise en solution solide	Durcissement structural	Expérience	Éprouvette	Mise en solution solide	Durcissement structural
1	12	1	2	31	39	3	3
2	19	2	1	32	10	1	4
3	55	4	2	33	40	3	4
4	38	3	1	34	29	2	3
5	8	1	1	35	36	3	3
6	30	2	2	36	26	2	3
7	15	1	2	37	56	4	4
8	13	1	2	38	46	3	3
9	35	3	1	39	28	2	3
10	3	1	1	40	18	2	4
11	21	2	2	41	16	1	3
12	41	3	1	42	48	4	3
13	60	4	1	43	9	1	3
14	44	3	1	44	6	1	4
15	43	3	2	45	4	1	3
16	24	2	1	46	23	2	4
17	58	4	2	47	47	4	3
18	34	3	1	48	22	2	3
19	33	3	2	49	25	2	4
20	50	4	2	50	49	4	4
21	1	1	2	51	7	1	4
22	17	2	2	52	59	4	3
23	14	1	1	53	42	3	3
24	57	4	1	54	27	2	4
25	51	4	1	55	53	4	4
26	2	1	1	56	5	1	3
27	45	3	2	57	20	2	4
28	11	1	1	58	37	3	3
29	32	2	1	59	54	4	4
30	52	4	2	60	31	2	4



## ANNEXE II

### Suivi de la masse et des dimensions des éprouvettes de fatigue

Afin de pouvoir suivre l'impact des traitements thermiques et chimiques sur les éprouvettes de fatigue, un suivi dimensionnel et massique a été mis en place. Le suivi de masse a concerné toutes les éprouvettes à chaque étape du cycle de vie : après impression, mise en solution solide, décapage si concerné et durcissement structural. Le suivi dimensionnel a concerné toutes les éprouvettes modèle U et seulement 11 éprouvettes modèle V.

La première vérification dimensionnelle, pour le modèle U, a été le rayon du demi-cercle usiné, le décalage de son origine par rapport à la surface extérieure et le décalage de hauteur entre le rayon usiné et le rayon imprimé. Celle-ci est disponible dans le tableau II.1. Toutes les valeurs fournies sont en millimètres. La taille et l'emplacement du demi-cercle usiné ont été jugés acceptables pour assurer l'équilibre de l'éprouvette lors de l'application des contraintes en traction.

Le suivi dimensionnel a consisté à mesurer la distance entre entailles et l'épaisseur de l'éprouvette afin de déterminer la surface transversale qui reçoit la contrainte nominale lors des essais en traction. Le suivi est fourni à travers les tableaux II.2 (modèle U non traité chimiquement), II.3 (modèle U traité chimiquement), II.4 (modèle V non traité chimiquement) et II.5 (modèle V traité chimiquement).

Le suivi massique du modèle U est disponible dans le tableau II.6 et celui du modèle V dans le tableau II.7. Les valeurs sont indiquées en grammes.

Tableau II.1

Mesure et emplacement du demi-cercle usiné sur le modèle U tel qu'imprimé (en mm)

Éprouvette	Rayon	Origine	Décalage	Éprouvette	Rayon	Origine	Décalage
1	2,970	0,021	0,104	31	2,956	0,121	0,220
2	2,967	0,018	0,081	32	3,035	0,092	0,084
Problème d'usinage				33	3,030	0,122	0,100
				34	2,931	0,136	0,139
				35	3,038	0,145	0,142
				36	3,029	0,075	0,145
				37	2,940	0,140	0,054
				38	3,023	0,089	-0,010
				39	2,965	0,072	0,148
				40	2,944	0,100	0,214
				41	2,948	0,074	0,182
				42	2,933	0,095	0,126
13	2,937	0,112	0,212	43	2,945	0,068	0,175
14	2,954	0,084	0,115	44	2,958	0,056	0,171
15	2,932	0,114	0,121	45	3,017	0,162	0,065
16	2,912	0,114	0,226	46	3,030	0,063	0,082
17	3,039	0,125	0,061	47	3,034	0,122	0,113
18	2,967	0,082	0,24	48	2,923	0,179	0,105
19	3,033	0,076	0,053	49	2,930	0,156	-0,003
20	3,025	0,061	0,139	50	2,927	0,114	0,162
21	3,033	0,091	0,085	51	2,958	0,073	0,144
22	3,015	0,085	0,027	52	2,950	0,105	0,165
23	2,946	0,089	0,179	53	2,931	0,099	0,110
24	2,936	0,094	0,093	54	2,957	0,055	0,112
25	2,954	0,190	0,035	55	3,027	0,122	-0,016
26	3,018	0,119	0,178	56	2,942	0,177	0,134
27	3,032	0,086	0,216	57	3,031	0,105	0,012
28	3,037	0,175	0,208	58	2,938	0,123	0,133
29	2,938	0,131	0,183	59	2,933	0,075	0,152
30	3,031	0,078	0,124	60	2,948	0,122	0,128

	Rayon	Origine	Décalage
Moyenne	2,977	0,104	0,123
Écart-type	0,043	0,038	0,064

Tableau II.2

Mesures dimensionnelles sur le modèle U non traité chimiquement (en mm)

Éprouvette	Tel qu'imprimée		Homogénéisée		Vieillie				
	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur			
1	14,053	Effectué sur 4 éprouvettes (45 ; 50 ; 55 ; 60)	14,073	Non effectué	14,054	Non effectué			
2	13,942		14,032		13,978				
13	13,962		14,027		13,955				
14	13,936		13,993		13,967				
15	13,959		13,973		13,950				
16	13,935		13,958		13,930				
17	13,995		14,037		13,970				
18	13,957		14,025		13,981				
20	13,759		13,869		13,805				
22	13,963		14,023		13,962				
25	14,008		14,032		13,990				
27	13,935		13,987		13,966				
33	13,949		14,004		13,973				
35	13,959		14,027		13,989				
36	13,940		13,988		13,943				
37	14,010		14,067		14,028				
38	13,947		13,988		13,960				
39	13,988		14,027		14,003				
42	13,963		14,005		13,987				
43	13,947		14,001		13,972				
47	13,935		14,005		13,972				
54	13,949		13,985		13,946				
55	13,947		14,003		13,949				
57	13,931		13,980		13,963				
59	13,935		13,990		13,967				
Moyenne	13,952		3,18		14,004		Non effectué	13,966	Non effectué
Écart-type	0,050		NA		0,039			0,043	

Tableau II.3

Mesures dimensionnelles sur le modèle U traité chimiquement (en mm)

Éprouvette	Tel qu'imprimée		Homogénéisée		Traité chimiquement		Vieille	
	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur
19	13,915	Effectué sur 4 éprouvettes (45 ; 50 ; 55 ; 60)	13,966	Non effectué	13,973	Non effectué	13,845	3,17
21	13,940		14,002		13,810		13,724	3,18
23	13,949		14,035		13,877		13,882	3,18
24	13,950		14,000		13,962		13,957	3,19
26	13,954		14,013		14,022		14,026	3,21
28	13,995		14,020		13,810		13,824	3,22
29	13,963		13,992		13,874		13,856	3,20
30	13,929		14,001		14,001		13,984	3,18
31	14,005		14,068		14,017		13,963	3,18
32	13,948		13,988		13,914		13,886	3,20
34	13,971		14,000		13,861		13,828	3,22
40	13,969		14,028		13,887		13,865	3,22
41	13,973		14,017		13,850		13,837	3,18
44	13,959		13,990		13,874		13,856	3,21
45	13,996		14,040		13,762		13,734	3,14
46	13,928		13,981		13,793		13,774	3,24
48	13,981		14,011		Décou		Découpée	
49	13,964		14,046		13,852		13,886	3,17
50	13,946		14,016		13,864		13,842	3,18
51	13,937		14,006		13,833		13,821	3,21
52	13,980		14,052		13,897		13,878	3,22
53	13,961		14,019		13,877		13,877	3,18
56	13,998		14,044		13,789		13,781	3,20
58	13,972		14,016		13,874		13,891	3,21
60	13,953	14,017	13,825	13,810	3,21			

Moyenne	13,961	3,18	14,015	Non effectué	13,879	Non effectué	13,859	3,196
Écart-type	0,023	NA	0,024		0,072		0,073	0,022

Tableau II.4

Mesures dimensionnelles sur le modèle V non traité chimiquement (en mm)

Éprouvette	Tel qu'imprimée		Homogénéisée		Vieillie	
	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur
15	10,492	3,25	10,618	3,3	10,622	3,31
30	10,490	3,19	10,612	3,28	10,609	3,26
35	10,451	3,19	10,537	3,25	10,530	3,25
45	10,453	3,20	10,526	3,28	10,528	3,28
50	10,465	3,24	10,565	3,29	10,556	3,28
55	10,543	3,24	10,678	3,29	10,656	3,27
Moyenne	10,482	3,220	10,589	3,282	10,584	3,275
Écart-type	0,035	0,026	0,058	0,017	0,053	0,201

Tableau II.5

Mesures dimensionnelles sur le modèle V traité chimiquement (en mm)

Éprouvette	Tel qu'imprimée		Homogénéisée		Traité chimiquement		Vieillie	
	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur	Distance	Épaisseur
5	10,480	3,22	10,546	3,32	10,301	3,22	10,300	3,21
10	10,475	3,21	10,575	3,29	10,402	3,25	10,343	3,23
20	10,446	3,21	10,564	3,27	10,371	3,19	10,348	3,19
25	10,390	3,20	10,537	3,29	10,316	3,22	10,296	3,21
40	10,436	3,20	10,534	3,26	10,356	3,20	10,328	3,20
Moyenne	10,445	3,207	10,551	3,286	10,349	3,216	10,323	3,208
Écart-type	0,036	0,008	0,018	0,023	0,041	0,023	0,024	0,015

Tableau II.6

Suivi massique du modèle U (en g)

Éprouvette	Tel qu'imprimée	Homogénéisée	Vieillie	Éprouvette	Tel qu'imprimée	Homogénéisée	Traité chimiquement	Vieilli
1	43,900	43,980	43,970	19	43,532	43,654	43,287	43,296
2	43,421	43,465	43,466	21	43,666	43,760	43,414	43,424
13	43,937	44,062	44,068	23	43,674	43,767	43,416	43,427
14	43,439	43,495	43,501	24	43,831	43,990	43,653	43,663
15	43,769	43,852	43,860	26	43,777	43,905	43,514	43,52
16	43,832	43,932	43,937	28	43,732	43,864	43,429	43,439
17	43,975	44,201	44,194	29	43,993	44,061	43,705	43,716
18	43,883	44,038	44,006	30	43,419	43,619	43,206	43,213
20	43,454	43,584	43,586	31	43,389	43,544	43,101	43,112
22	43,982	44,114	44,117	32	43,890	43,933	43,518	43,528
25	43,868	43,967	43,939	34	43,802	43,869	43,451	43,459
27	43,493	43,625	43,602	40	43,711	43,830	43,425	43,433
33	43,879	44,038	43,998	41	43,613	43,708	43,312	43,323
35	43,426	43,490	43,468	44	44,080	44,183	43,782	43,792
36	43,827	43,891	43,887	45	43,157	43,068	42,724	42,732
37	43,851	43,945	43,928	46	43,871	43,794	43,456	43,466
38	43,946	44,102	44,087	48	43,761	43,701	Découpée	
39	44,012	44,166	44,155	49	43,022	43,098	42,673	42,681
42	43,807	43,921	43,900	50	43,505	43,471	43,095	43,099
43	43,865	43,980	43,957	51	43,780	43,742	43,364	43,372
47	43,092	43,095	43,076	52	43,147	43,178	42,758	42,765
54	43,846	43,761	43,745	53	43,371	43,334	42,965	42,978
55	43,890	43,906	43,871	56	43,868	43,848	43,475	43,484
57	43,937	43,940	43,929	58	43,717	43,770	43,337	43,348
59	43,941	43,981	43,972	60	43,639	43,532	43,202	43,214

Moyenne	43,771	43,861	43,849		43,638	43,689	43,303	43,312
Écart-type	0,237	0,264	0,263		0,266	0,284	0,294	0,294

Tableau II.7

Suivi massique du modèle V (en g)

Éprouvette	Tel qu'imprimée	Homogénéisée	Vieillie	Éprouvette	Tel qu'imprimée	Homogénéisée	Traité chimiquement	Vieilli e
1	43,699	43,613	43,610	4	43,672	43,877	43,415	43,421
2	43,663	43,657	43,654	5	43,550	43,724	43,252	43,246
3	43,368	43,481	43,479	6	43,330	43,521	43,192	43,194
8	42,970	43,300	43,300	7	43,531	43,732	43,397	43,407
11	43,013	43,160	43,162	9	42,876	43,018	42,723	42,726
12	43,542	43,663	43,659	10	43,251	43,382	43,071	43,071
13	43,427	43,612	43,612	16	43,513	43,618	43,286	43,293
14	43,771	42,983	42,986	18	43,389	43,498	43,197	43,196
15	43,705	43,867	43,870	20	43,081	43,121	42,818	42,818
17	42,983	43,106	43,103	22	43,606	43,816	43,492	43,496
19	43,571	43,678	43,668	23	42,951	43,148	42,835	42,837
21	43,736	43,862	43,840	25	43,245	43,325	42,983	42,984
24	43,107	43,273	43,269	26	43,640	43,813	43,482	43,486
30	43,165	43,234	43,219	27	43,215	43,396	43,054	43,059
32	43,323	43,414	43,415	28	43,446	43,591	43,258	43,262
33	43,566	43,731	43,727	29	43,222	43,349	42,994	43,000
34	43,641	43,842	43,839	31	42,806	42,986	Découpée	
35	43,019	43,180	43,169	36	43,557	43,749	43,445	43,451
38	43,530	43,672	43,673	37	43,577	43,736	43,440	43,447
41	43,475	43,644	43,641	39	43,403	43,522	43,218	43,224
43	43,337	43,416	43,411	40	43,248	43,143	42,894	42,901
44	43,546	43,661	43,655	42	43,064	43,228	42,881	42,890
45	43,294	43,384	43,375	46	43,647	43,797	43,490	43,496
50	43,522	43,681	43,675	47	43,496	43,654	43,347	43,355
51	43,696	43,860	43,854	48	43,362	43,485	43,174	43,182
52	43,020	43,201	43,196	49	43,593	43,765	43,467	43,474
55	43,490	43,537	43,522	53	43,541	43,653	43,369	43,377
57	43,525	43,652	43,653	54	43,486	43,575	43,284	43,288
58	43,587	43,703	43,696	56	43,518	43,649	43,331	43,335
60	43,164	43,287	43,289	59	43,305	43,417	43,116	43,122
Moyenne	43,415	43,512	43,507		43,371	43,510	43,204	43,208
Écart-type	0,253	0,250	0,249		0,235	0,254	0,227	0,228



## ANNEXE III

### Récapitulatif des traitements thermiques des éprouvettes de fatigue

Afin de vérifier que toutes les éprouvettes de fatigue ont subi des traitements thermiques équivalents, ceux-ci ont été résumés dans les tableaux suivants. Les données sont issues de l'analyse des courbes de température des traitements thermiques. Le tableau III.1 récapitule les mises en solution solide et le tableau III.2 les durcissements structuraux.

Tableau III.1

#### Récapitulatifs des mises en solution solide

<b>Mise en solution solide 1 modèle U</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
68 minutes	70 minutes	4 °C/min pendant 16 secondes	17 °C/min pendant 2 secondes

<b>Mise en solution solide 2 modèle U</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
67 minutes	70 minutes	5 °C/min pendant 30 secondes	16 °C/min pendant 4 secondes

<b>Mise en solution solide 3 modèle U</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
70 minutes	70 minutes	3 °C/min pendant 1 seconde	17 °C/min pendant 6 secondes

<b>Mise en solution solide 4 modèle U</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
67 minutes	70 minutes	5 °C/min pendant 1 seconde	17 °C/min pendant 6 secondes

<b>Mise en solution solide 5 modèle V</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
69 minutes	69 minutes	3 °C/min pendant 2 secondes	22 °C/min pendant 3 secondes

<b>Mise en solution solide 6 modèle V</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
71 minutes	68 minutes	4 °C/min pendant 2 secondes	16 °C/min pendant 5 secondes

<b>Mise en solution solide 7 modèle V</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
70 minutes	68 minutes	1 °C/min pendant 17 secondes	25 °C/min pendant 5 secondes

<b>Mise en solution solide 8 modèle V</b>			
Temps de chauffe	Temps de refroidissement à 270 °C	Taux de refroidissement minimum	Taux de refroidissement maximum
70 minutes	70 minutes	3 °C/min pendant 1 seconde	17 °C/min pendant 3 secondes

Tableau III.2

## Récapitulatifs des durcissements structuraux

<b>Durcissement structural 1 modèle U non traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
35 minutes	Température minimale (°C)	535	540	539	539	6 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	7 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	545	543	541	541	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	8 min	0 min	0 min	0 min	

<b>Durcissement structural 2 modèle U non traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
33 minutes	Température minimale (°C)	537	537	539	540	5 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	546	541	542	542	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	13 min	0 min	0 min	0 min	

<b>Durcissement structural 3 modèle U traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
28 minutes	Température minimale (°C)	538	537	538	539	4 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	543	542	541	542	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	

<b>Durcissement structural 4 modèle U traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
30 minutes	Température minimale (°C)	534	538	539	539	4 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	1 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	544	541	542	542	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	1 min	0 min	0 min	0 min	

<b>Durcissement structural 5 modèle V non traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
32 minutes	Température minimale (°C)	537	544	539	544	5 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	548	549	549	546	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	25 min	60 min	56 min	60 min	

<b>Durcissement structural 6 modèle V non traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
31 minutes	Température minimale (°C)	539	540	543	544	5 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	544	544	546	546	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	1 min	12 min	59 min	60 min	

<b>Durcissement structural 7 modèle V traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
28 minutes	Température minimale (°C)	538	540	542	542	4 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	0 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	544	544	544	545	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	0 min	1 min	1 min	37 min	

<b>Durcissement structural 8 modèle V traité chimiquement</b>						
Temps de chauffe	Heure de maintien	1	2	3	4	Temps de refroidissement à 400 °C
31 minutes	Température minimale (°C)	535	538	539	539	4 minutes
	Temps de maintien sous 537 °C	1 min	0 min	0 min	0 min	
	Température maximale (°C)	546	541	542	542	
	Temps de maintien au-dessus de 543 °C	1 min	0 min	0 min	0 min	



## **ANNEXE IV**

### **Courbes des essais de traction sur éprouvettes de fatigue entaillées**

Cette annexe contient les courbes des essais de traction sur les éprouvettes de fatigue entaillées. Elles sont fournies par le logiciel TW Elite (MTS TestSuite).

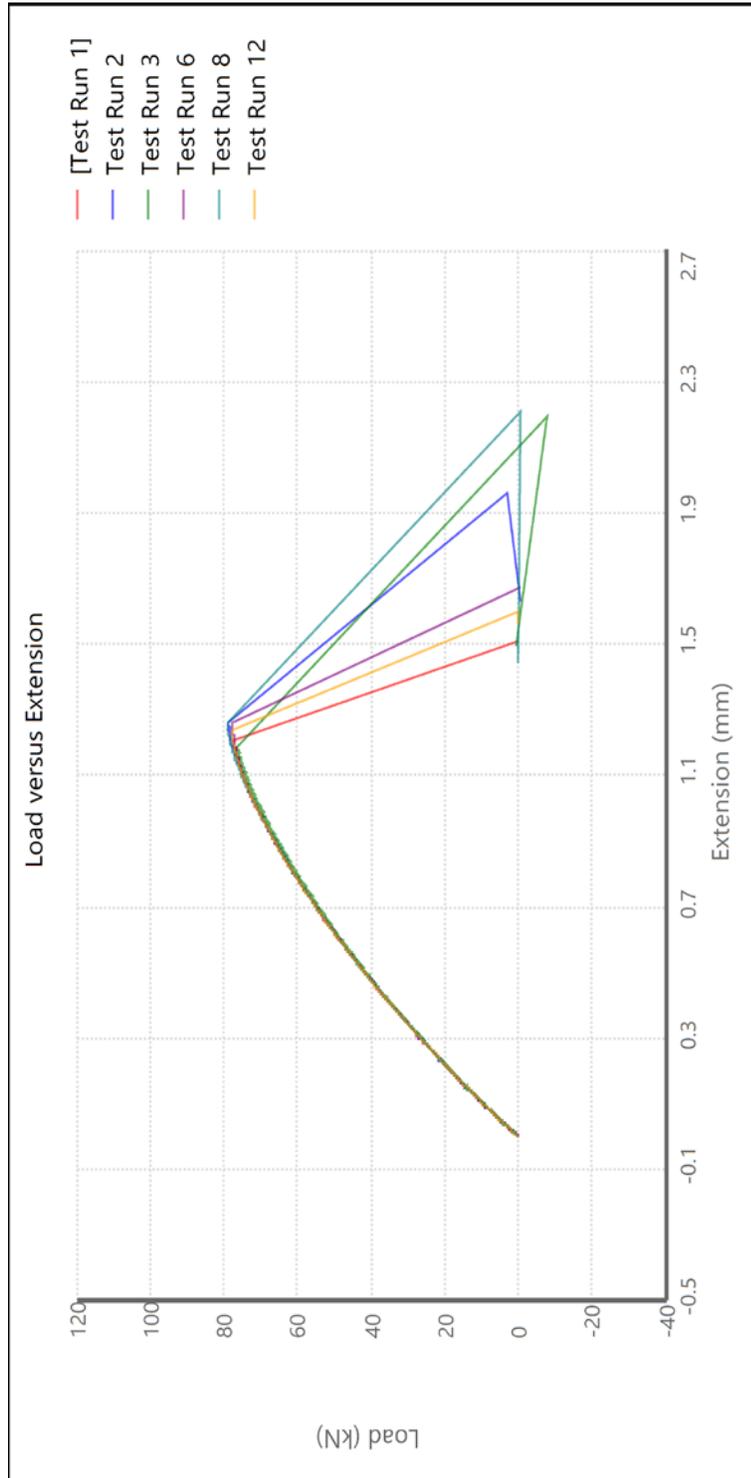


Figure IV.1 Éprouvettes U non traitées chimiquement

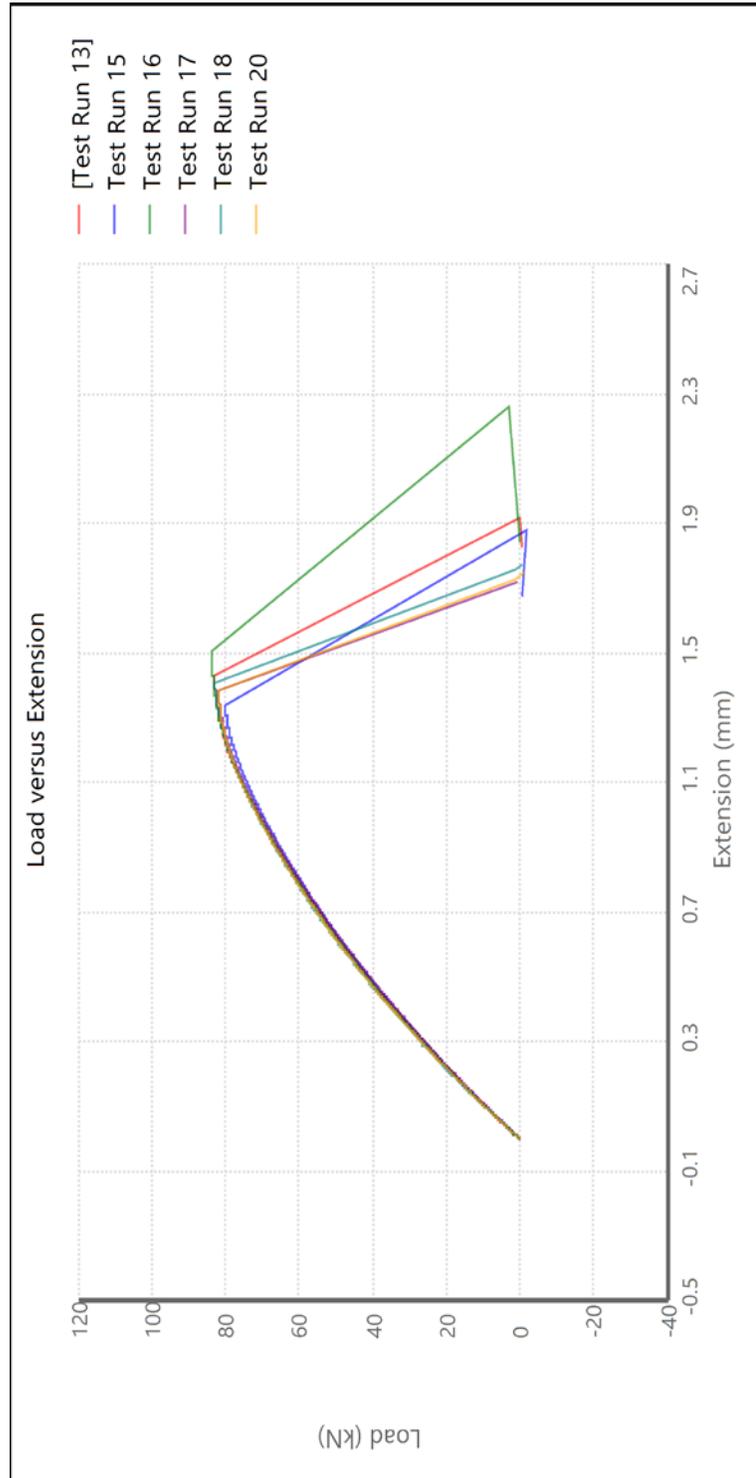


Figure IV.2 Éprouvettes U traitées chimiquement

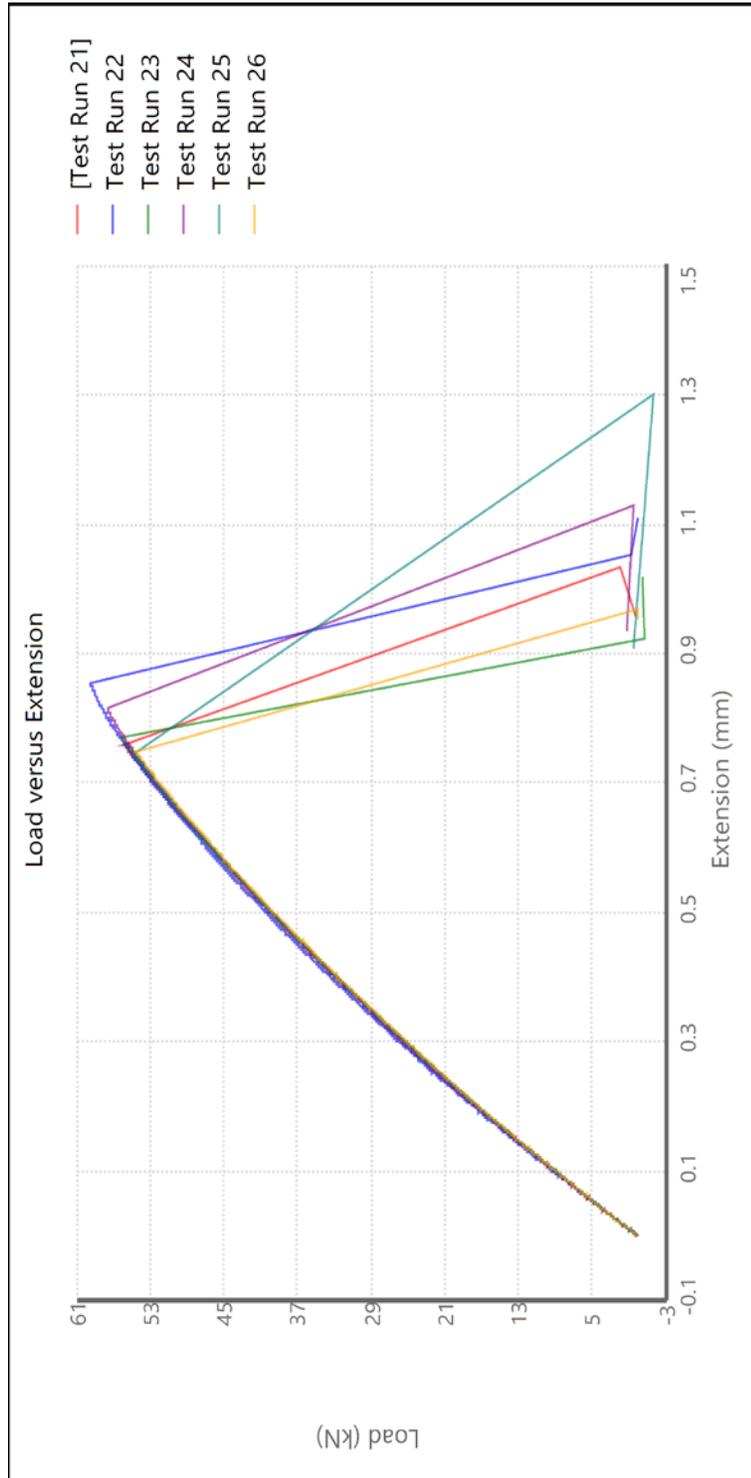


Figure IV.3 Éprouvettes V non traitées chimiquement

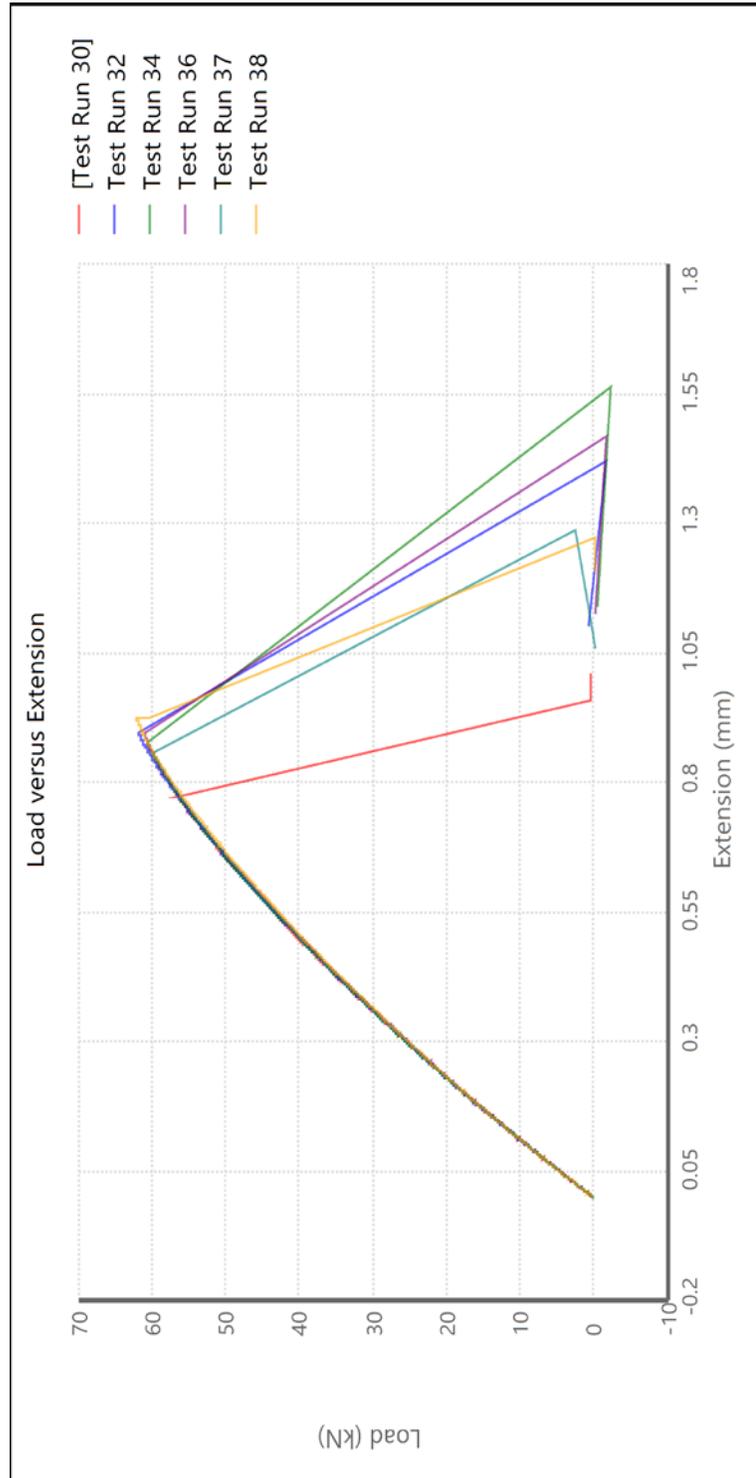


Figure IV.4 Éprouvettes V traitées chimiquement



## ANNEXE V

### **Tableaux récapitulatifs des résultats des essais de fatigue et méthodes de l'escalier effectués**

Les données détaillées des essais de fatigue sont fournies ici. Les deux positions utilisées sont numérotées. La position 1 indique que le côté avec le moins bon état de surface est exposé vers la gauche et la position 2 indique qu'il est exposé vers la droite. Les sections nominales prises en compte sont les moyennes des sections nominales des éprouvettes concernées par les tests. Les ruptures recensées peuvent être catégorisées en trois types. Le type I est une rupture due à une fissure initiée sur l'entaille avec un moins bon état de surface. Dans le type II, la fissure provient de l'entaille avec le meilleur état de surface. Pour le type III, une fissure apparaît à chaque entaille et celles-ci se rejoignent au centre de l'éprouvette. Les termes NA et ND signifient respectivement Non Approprié (absence de rupture) et Non Déterminé (origine de rupture inconnue).

Les tableaux V.1, 2, 3 et 4 fournissent respectivement les données des essais de fatigue du modèle U non traité chimiquement, modèle U traité chimiquement, modèle V non traité chimiquement et modèle V traité chimiquement. Les tableaux V.5, 6, 7 et 8 fournissent respectivement les méthodes de l'escalier des essais de fatigue du modèle U non traité chimiquement, modèle U traité chimiquement, modèle V non traité chimiquement et modèle V traité chimiquement.

Tableau V.1

## Récapitulatif des essais de fatigue modèle U non traité chimiquement

Numéro	Expérience	Éprouvette	Section nominale (mm <sup>2</sup> )	Charge max (newton)	2*Amplitude de charge (newton)	Contrainte max (MPa)	2*Amplitude de contrainte (MPa)	Nombre de cycles	Arrêt avant rupture	Type de fissuration	Position
2	43		10 000	9 000	225	203	170 281	1	I	1	
3	17		5 000	4 500	113	101	2000 000	2	NA	1	
4	20		7 000	6 300	158	142	462 369	1	III	1	
5	36		5 250	4 725	118	106	2000 000	0	NA	1	
6	35		5 500	4 950	124	112	894 323	1	I	2	
7	39		5 250	4 725	118	106	2000 000	2	NA	2	
8	2		30 000	27 000	676	609	3 815	0	I	2	
9	54	44,37	25 000	22 500	563	507	9 655	0	I	2	
10	22		20 000	18 000	451	406	23 513	1	I	2	
11	47		10 000	9 000	225	203	149 838	1	II	2	
12	59		7 000	6 300	158	142	388 842	1	I	2	
13	16		25 000	22 500	563	507	8 908	0	I	1	
14	14		5 375	4 837,5	121	109	1900 209	2	I	1	
15	57		5 375	4 837,5	121	109	818 140	2	I	2	
16	38		5 250	4 725	118	106	2000 000	1	NA	2	
17	37		5 375	4 837,5	121	109	2000 000	0	NA	1	

Tableau V.2

## Récapitulatif des essais de fatigue modèle U traité chimiquement

Expérience	Numéro	Section nominale (mm <sup>2</sup> )	Charge max (newton)	2*Amplitude de charge (newton)	Contrainte max (MPa)	2*Amplitude de contrainte (MPa)	Nombre de cycles	Arrêt avant rupture	Type de fissuration	Position
1	49	44,14	7 000	6 300	159	143	327 526	2	II	1
2	34		25 000	22 500	566	510	10 441	0	I	1
3	50		20 000	18 000	453	408	25 556	1	I	1
4	31		10 000	9 000	227	204	191 827	1	I	1
5	32		25 000	22 500	566	510	11 793	0	I	2
6	53		20 000	18 000	453	408	16 234	0	I	2
7	45		10 000	9 000	227	204	144 856	1	III	2
8	41		7 000	6 300	159	143	2000 000	0	NA	2
9	30		7 000	6 300	159	143	444 170	1	I	2
10	24		5 500	4 950	125	112	2000 000	0	NA	1
11	60		6 500	5 850	147	133	2000 000	0	NA	1
12	58		6 800	6 120	154	139	448 421		I	1
13	51		6 700	6 030	152	137	2000 000		NA	2
14	56		6 700	6 030	152	137	2000 000		NA	1
15	23		6 800	6 120	154	139	2000 000		NA	2
16	19		6 900	6 210	156	141	2000 000		BA	2
17	29		7 000	6 300	159	143	458 069		I	1
18	40		6 900	6 210	156	141	441 698		I	1

Tableau V.3

## Récapitulatif des essais de fatigue modèle V non traité chimiquement

Expérience	Numéro	Section nominale (mm <sup>2</sup> )	Charge max (newton)	2*Amplitude de charge (newton)	Contrainte max (MPa)	2*Amplitude de contrainte (MPa)	Nombre de cycles	Arrêt avant rupture	Type de fissuration	Position
1	12	33,75	10 000	9 000	296,3	266,7	57 094	1	Ia	2
2	19		4 000	3 600	118,5	106,7	670 225	2	III	2
3	55		7 000	6 300	207,4	186,7	126 531	1	I	2
4	38		12 000	10 800	355,5	320,0	24 695	1	Ia	2
5	8		12 000	10 800	355,5	320,0	23 959	1	ND	1
6	30		4 000	3 600	118,5	106,7	498 734	1	ND	1
7	15		10 000	9 000	296,3	266,7	49 628	1	Ia	1
8	13		7 000	6 300	207,4	186,7	131 805	1	III	1
9	35		3 000	2 700	88,9	80,0	1145 605	1	Ia	2
10	3		2 000	1 800	59,3	53,3	2000 000	0	NA	2
11	21		2 500	2 250	74,1	66,7	2000 000	0	NA	2
12	41		2 800	2 520	83,0	74,7	1818 617	1	I	2
13	60		2 750	2 475	81,5	73,3	2000 000	0	NA	2
14	44		2 800	2 520	83,0	74,7	1942 802	1	I	1
15	43		2 750	2 475	81,5	73,3	1902 637	2	I	1
16	24		2 775	2 497,5	82,2	74,0	1385 761	2	Ia	2
17	58		2 725	2 452,5	80,7	72,7	2000 000	2	NA	1

Expérience	Numéro		Section nominale (mm <sup>2</sup> )	Charge max (newton)	2*Amplitude de charge (newton)	Contrainte max (MPa)	2* Amplitude contrainte (MPa)	Nombre de cycles	Arrêt avant rupture	Type de fissuration	Position
		Éprouvette									
18	34		33,75	2 775	2 497,5	82,2	74,0	1478 101	1	III	2
19	33			2 762,5	2 486,25	81,8	73,7	1717 478	1	I	2
20	50			2 737,5	2 463,75	81,1	73,0	2000 000	0	NA	1
21	1			2 737,5	2 463,75	81,1	73,0	2000 000	0	NA	2
22	17		2 750	2 475	81,5	73,3	Problème matériel				
23	14		2 750	2 475	81,5	73,3	1600 132	2	2	II	2
24	57		2 750	2 475	81,5	73,3	2000 000	0	0	NA	1

Tableau V.4

## Récapitulatif des essais de fatigue modèle V traité chimiquement

Numéro	Expérience	Section nominale (mm <sup>2</sup> )	Charge max (newton)	2*Amplitude de charge (newton)	Contrainte max (MPa)	2*Amplitude de contrainte (MPa)	Nombre de cycles	Arrêt avant rupture	Type de fissuration	Position
1	39	33,28	10 000	9 000	300,5	270,4	46 539	1	ND	2
2	10		4 000	3 600	120,2	108,2	560 065	2	III	2
3	40		7 000	6 300	210,3	189,3	133 203	1	III	2
4	29		12 000	10 800	360,6	324,5	30 398	2	II	2
5	36		12 000	10 800	360,6	324,5	25 328	1	I	1
6	26		4 000	3 600	120,2	108,2	616 431	1	I	1
7	56		10 000	9 000	300,5	270,4	48 651	1	I	1
8	46		7 000	6 300	210,3	189,3	124 162	1	Ia	1
9	28		2 750	2 475	82,6	74,4	2000 000	4	NA	2
10	18		2 800	2 520	84,1	75,7	2000 000	Pas de surveillance de la rupture	NA	2
11	16		2 850	2 565	85,6	77,1	2000 000		NA	2
12	48		2 950	2 565	88,6	79,8	1541 623		I	2
13	9		2 900	2 610	87,1	78,4	2000 000		NA	2
14	6		2 925	2 632,5	87,9	79,1	1314 028		I	2
15	4		2 912,5	2 621,25	87,5	78,8	2000 000		NA	1
16	23		2 912,5	2 621,25	87,5	78,8	2000 000		NA	2
17	47		2 925	2 632,5	87,9	79,1	1389 019		I	1

Expérience	Numéro		Section nominale (mm <sup>2</sup> )	Charge max (newton)	2*Amplitude de charge (newton)	Contrainte max (MPa)	2* Amplitude contrainte (MPa)	Nombre de cycles	Arrêt avant rupture	Type de fissuration	Position
		Éprouvette									
18	22		33,28	2 912,5	2 621,25	87,5	78,8	1453 124	Pas de surveillance	I	1
19	25			2 900	2 610	87,1	78,4	1644 614		I	2
20	49			2 887,5	2 598,75	86,8	78,1	1572 322		I	2
21	7			2 887,5	2 598,75	86,8	78,1	Problème matériel			
22	59			2 912,5	2 621,25	87,5	78,8				
23	42			2 912,5	2 621,25	87,5	78,8	1908 274	ruptur	I	2

Tableau V.5

Méthode de l'escalier du modèle U non traité chimiquement

Amplitude de contrainte (MPa)	Essai (Éprouvette)						
	1 (36)	2 (14)	3 (39)	4 (57)	5 (38)	6 (37)	7 (35)
56							X
54,5		X		X		O	
53	O		O		O		
Position	1	1	2	2	2	1	2

Tableau V.6

Méthode de l'escalier du modèle U traité chimiquement

Amplitude de contrainte (MPa)	Essai (Éprouvette)						
	1 (51)	2 (58)	3 (56)	4 (23)	5 (19)	6 (29)	7 (40)
71,5						X	
70,5					O		X
69,5		X		O			
68,5	O		O				
Position	2	1	1	2	2	1	1

Tableau V.7

Méthode de l'escalier du modèle V non traité chimiquement

Amplitude de contrainte (MPa)	Essai (Éprouvette)						
	1 (60)	2 (33)	3 (43)	4 (50)	5 (14)	6 (1)	7 (57)
36,83		X					
36,67	O		X		X		O
36,5				O		O	
Position	2	2	1	1	2	2	1

Tableau V.8

Méthode de l'escalier du modèle V traité chimiquement

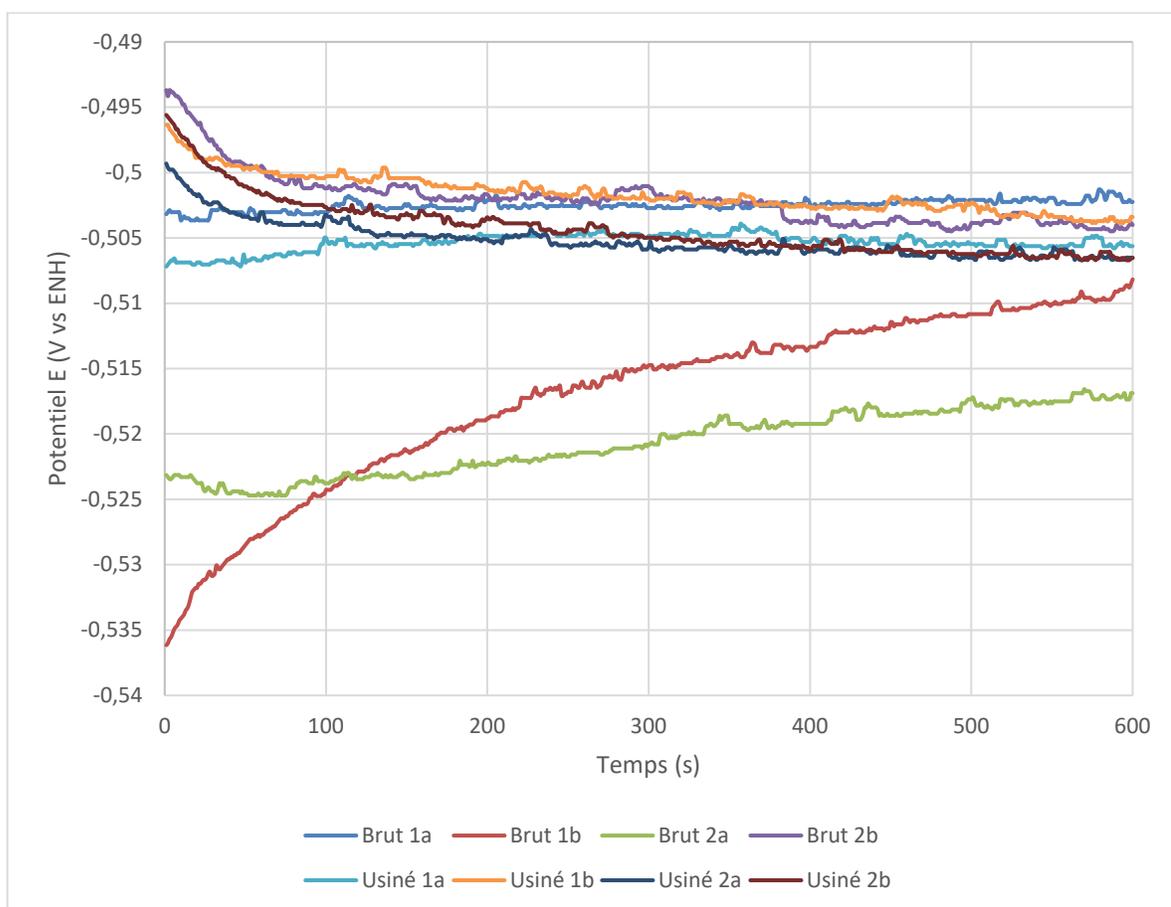
Amplitude de contrainte (MPa)	Essai (Éprouvette)						
	1 (4)	2 (6)	3 (23)	4 (47)	5 (22)	6 (9)	7 (42)
39,6		X		X			
39,4	O		O		X		X
39,2						O	
Position	1	2	2	1	1	2	2



## ANNEXE VI

### Courbes en circuit ouvert de l'étude électrochimique

Cette annexe comprend les courbes en circuit ouvert obtenues lors des essais électrochimiques. Les courbes « Brut 1a » et « Brut 1 b » sont celles qui ont été préalables au tracé de la courbe de Tafel « Brut 1 ». Ce raisonnement a été suivi pour toutes les autres courbes.



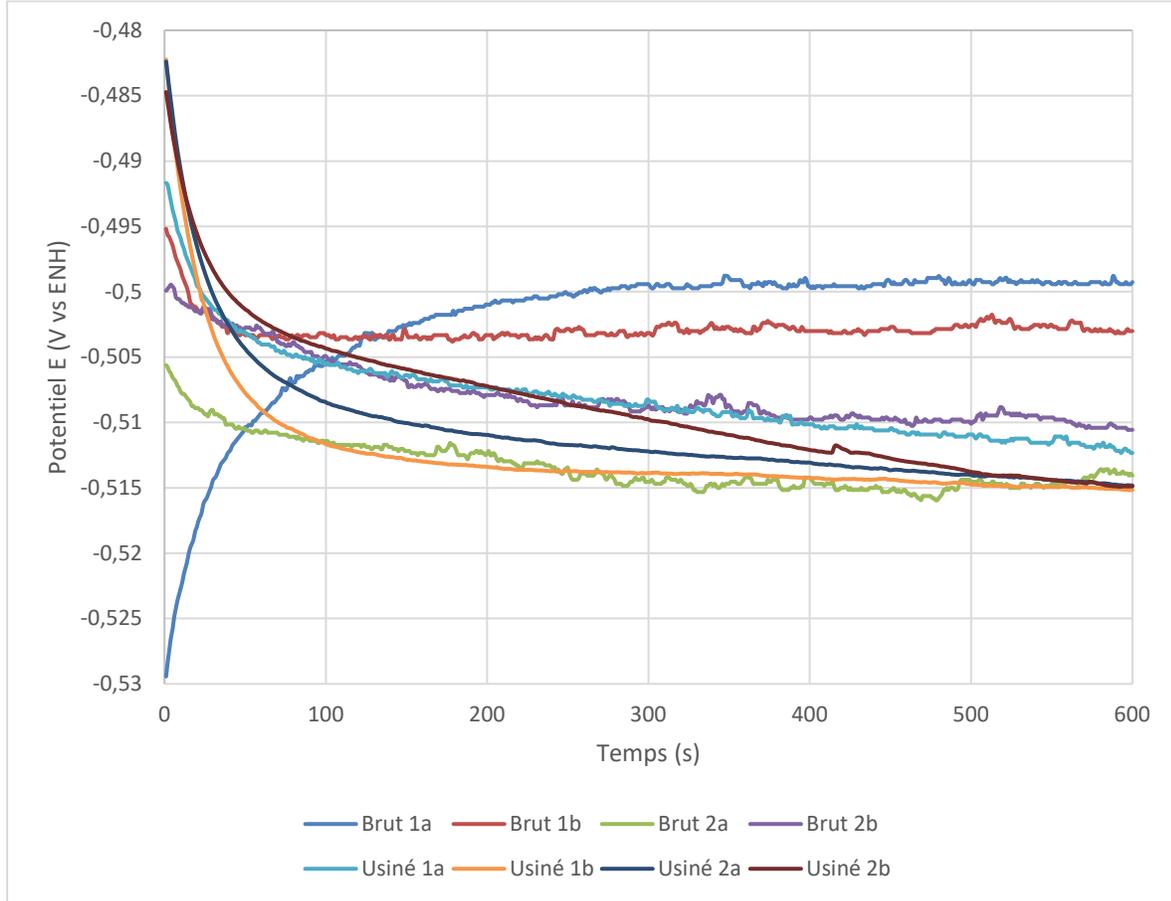


Figure VI.2. Polissage lent dans le bain acide à 1515 mg/L de fer dissous.

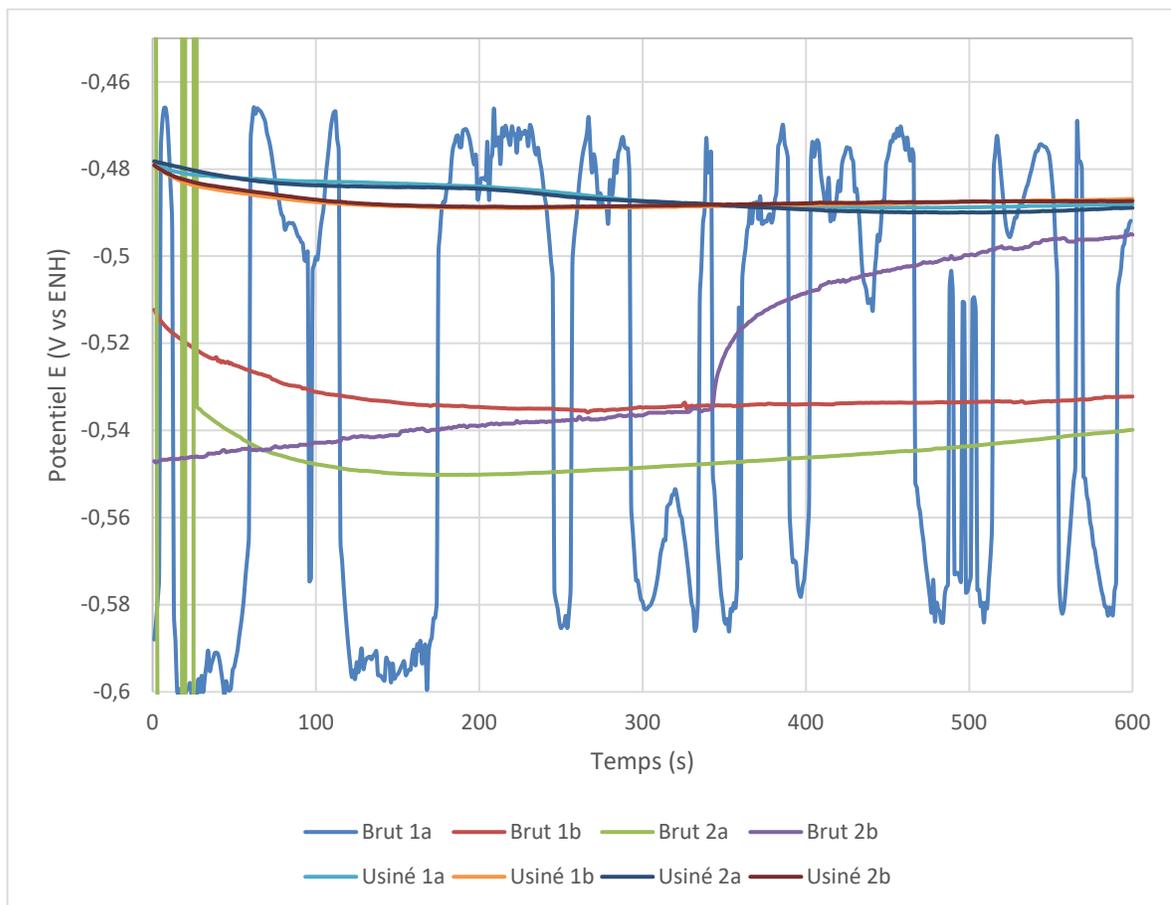


Figure VI.3. Polissage rapide avec apparition de piqûres de corrosion à 3 030 mg/L de fer dissous.

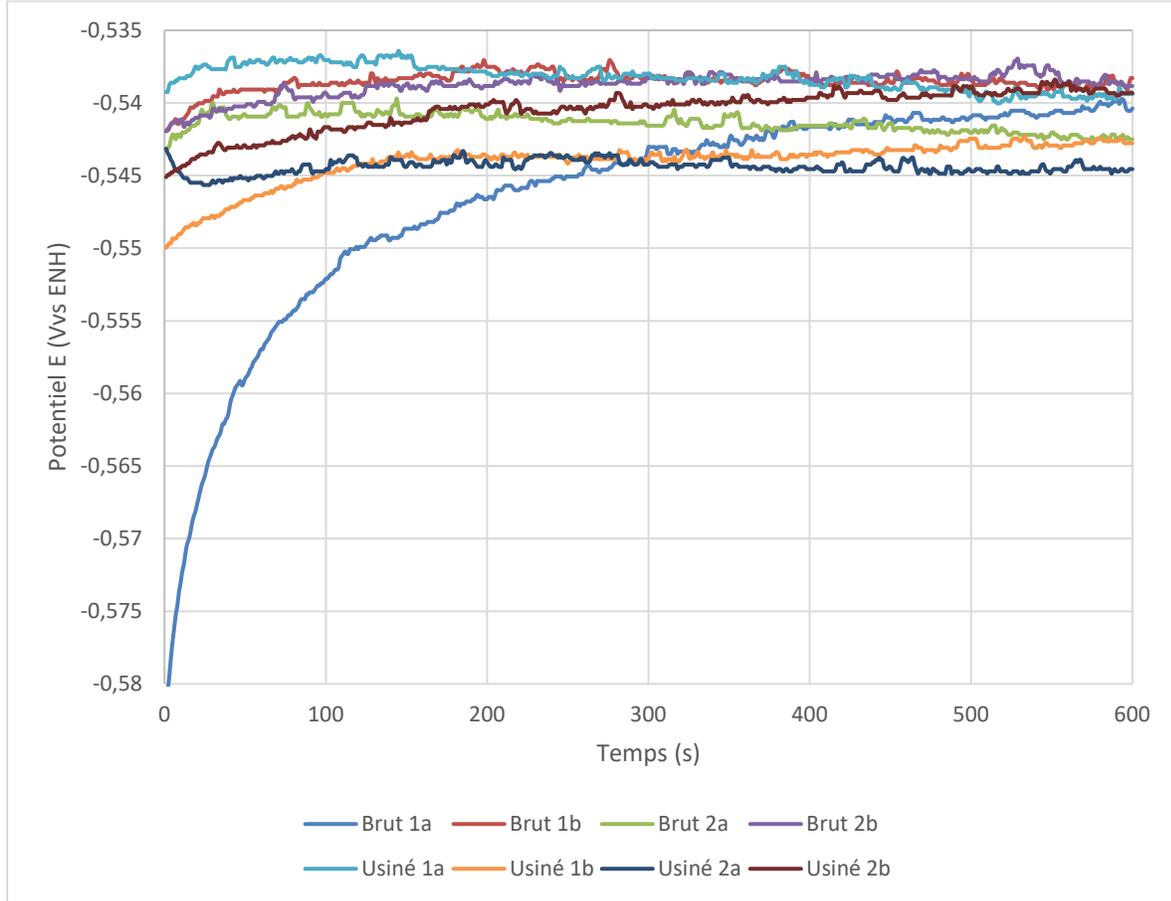


Figure VI.4. Polissage avec inhibiteur de corrosion à 80 mg/L de fer dissous.

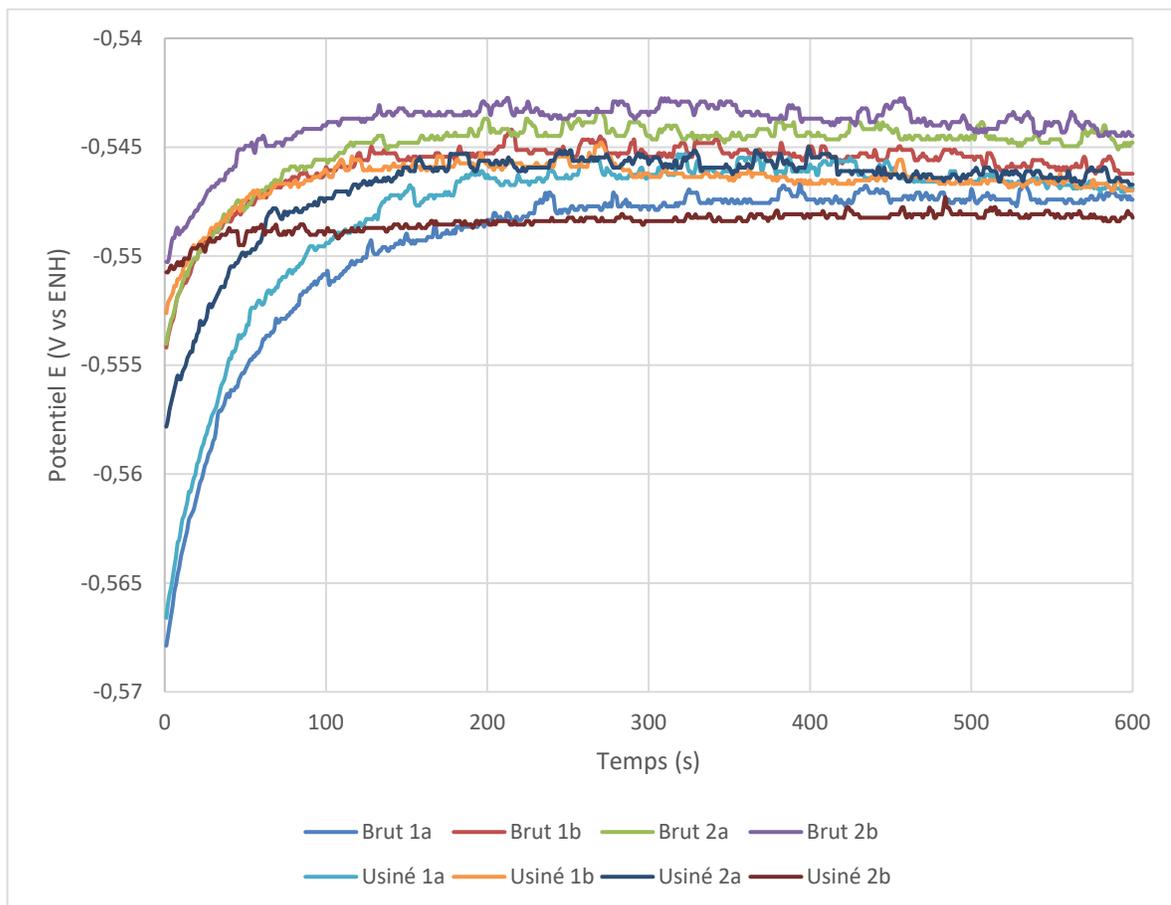


Figure VI.5. Polissage avec saturation en inhibiteur de corrosion (maintien à 0 mg/L de fer dissous).



## **ANNEXE VII**

### **Courbes de Tafel de l'étude électrochimique**

Cette annexe comprend les courbes de Tafel (ou courbes de voltampérométrie linéaire) obtenues lors des essais électrochimiques. Le décalage entre certaines courbes, par exemple la courbe « Brut 2 » du décapage (figure VII.1) est dû à une variation de potentiel en circuit ouvert entre les tests anodiques et cathodiques. Les mesures effectuées sont ensuite regroupées pour obtenir l'intégralité de la courbe de Tafel, mais peuvent présenter un décalage plus ou moins important. Ce décalage n'affecte pas les pentes de Tafel déterminées ni le calcul de la résistance à la polarisation.

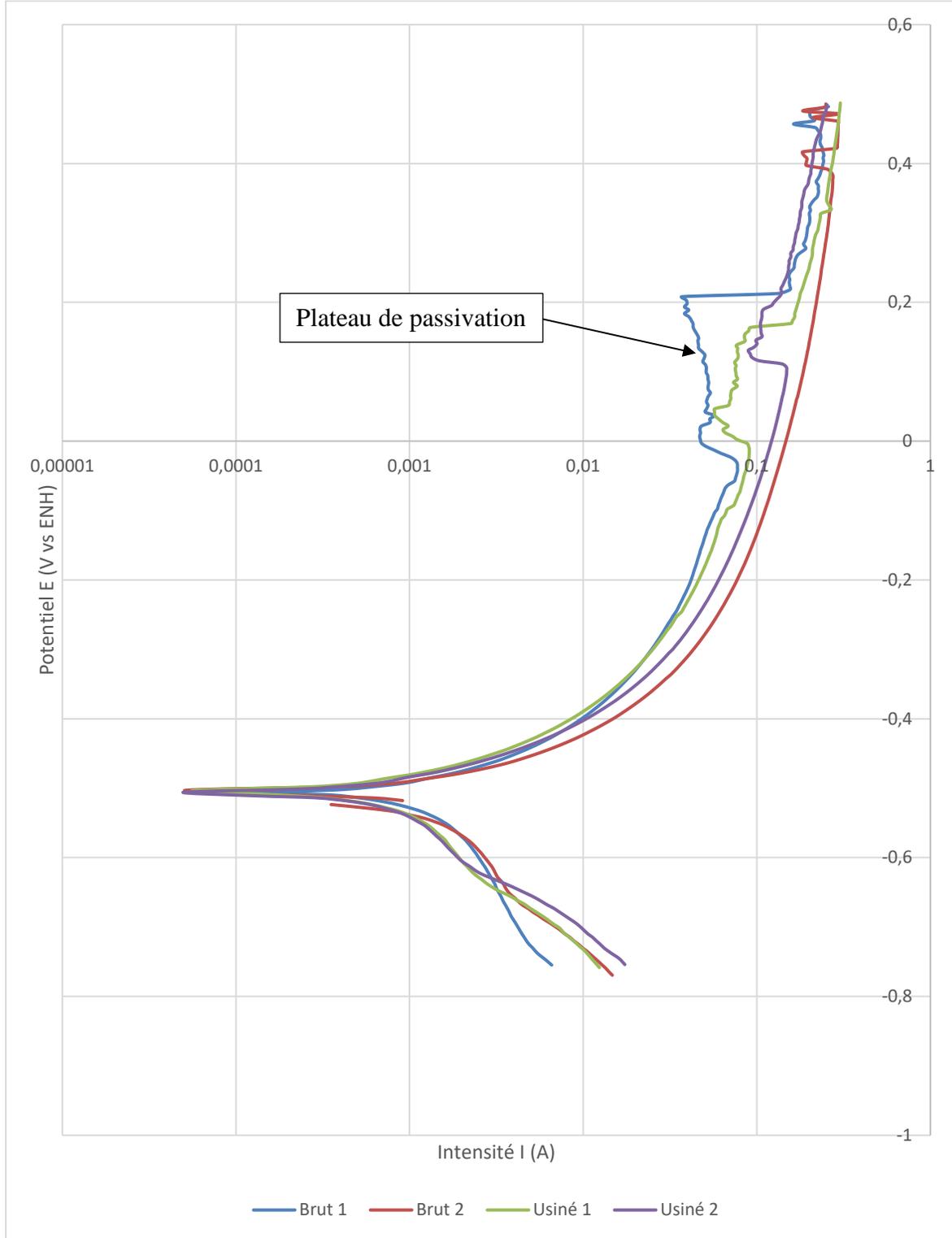


Figure VII.1 Décapage dans le bain acide à 1515 mg/L de fer dissous.

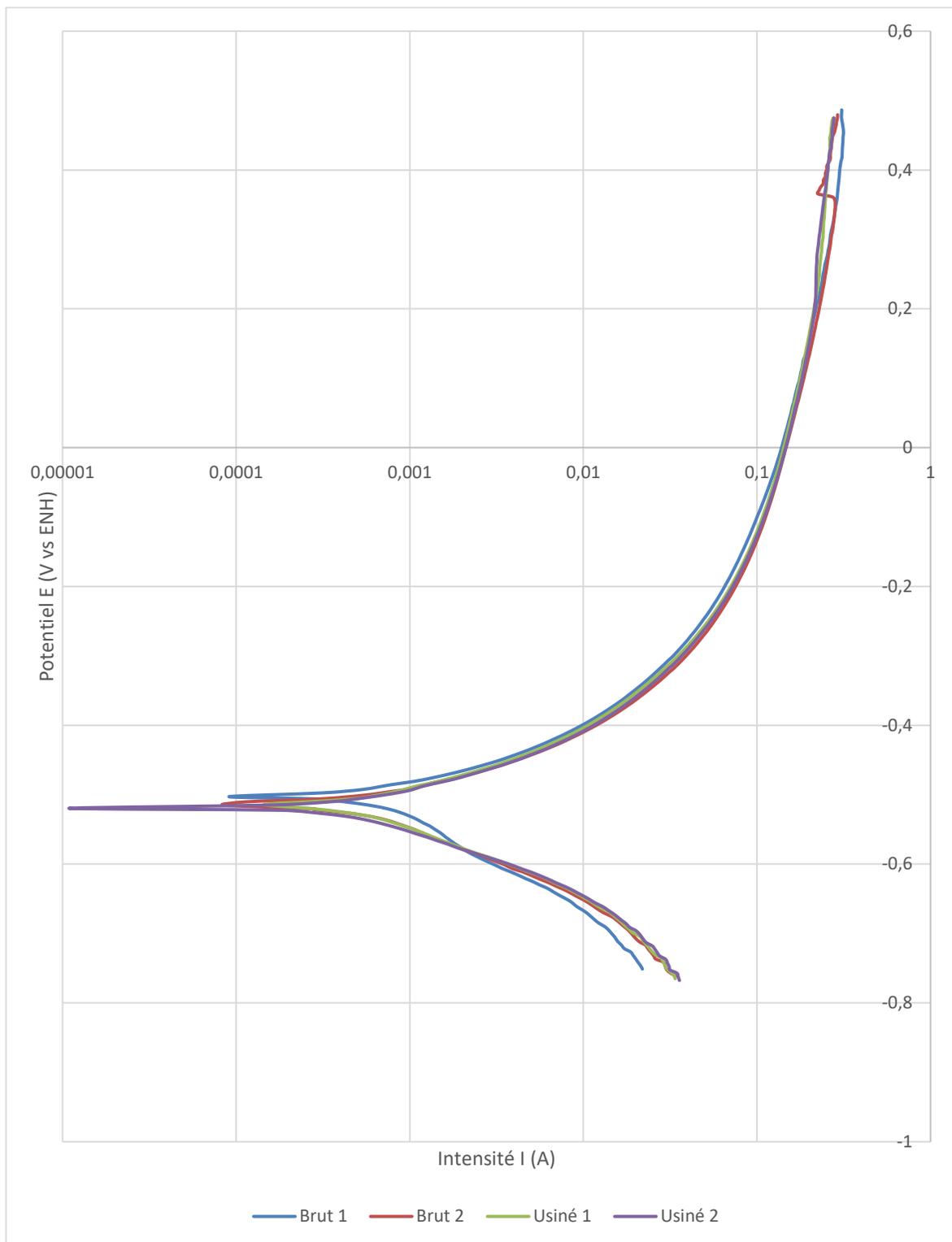


Figure VII.2. Polissage lent dans le bain acide à 1515 mg/L de fer dissous.

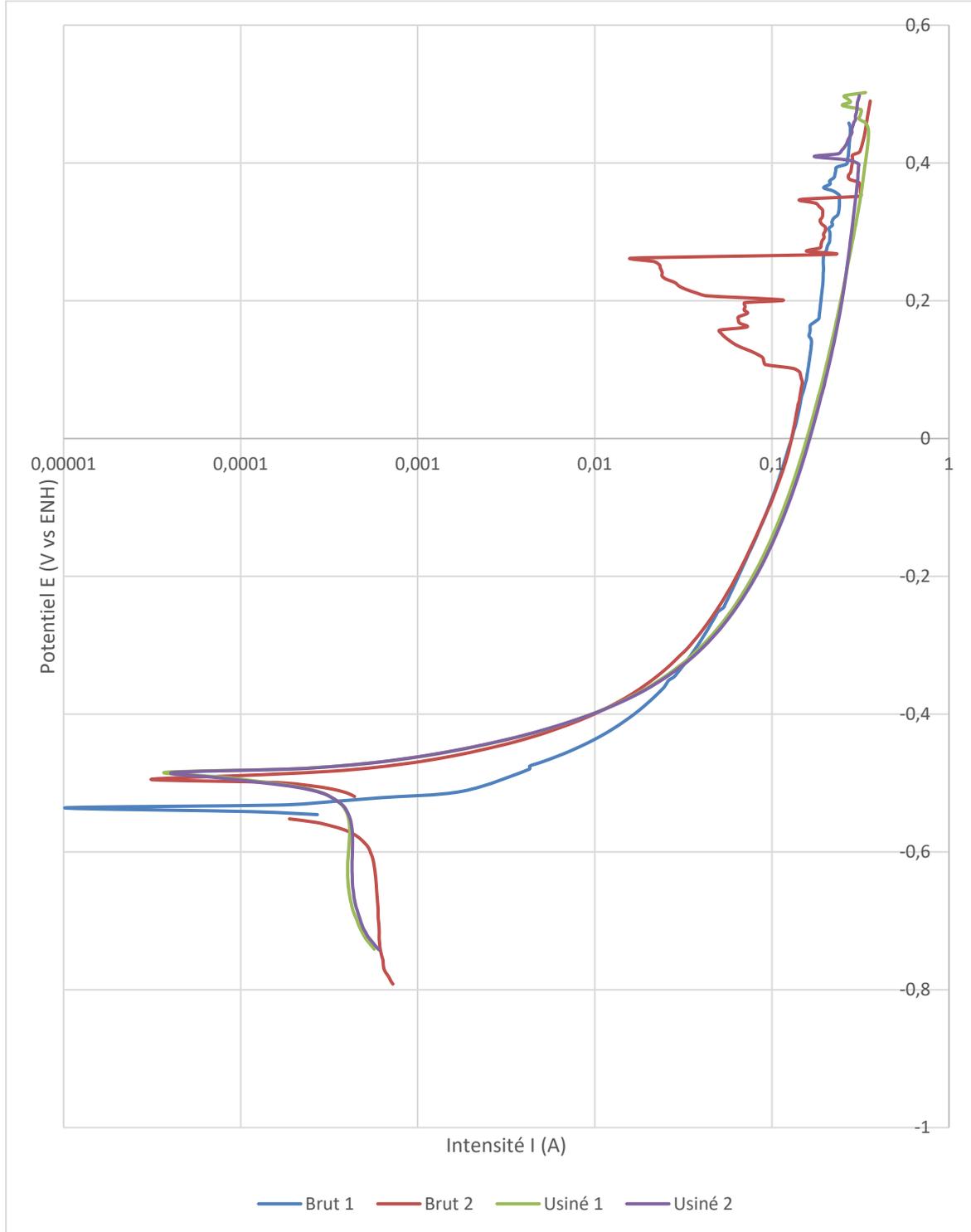


Figure VII.3. Polissage rapide avec apparition de piqûres de corrosion à 3 030 mg/L de fer dissous.

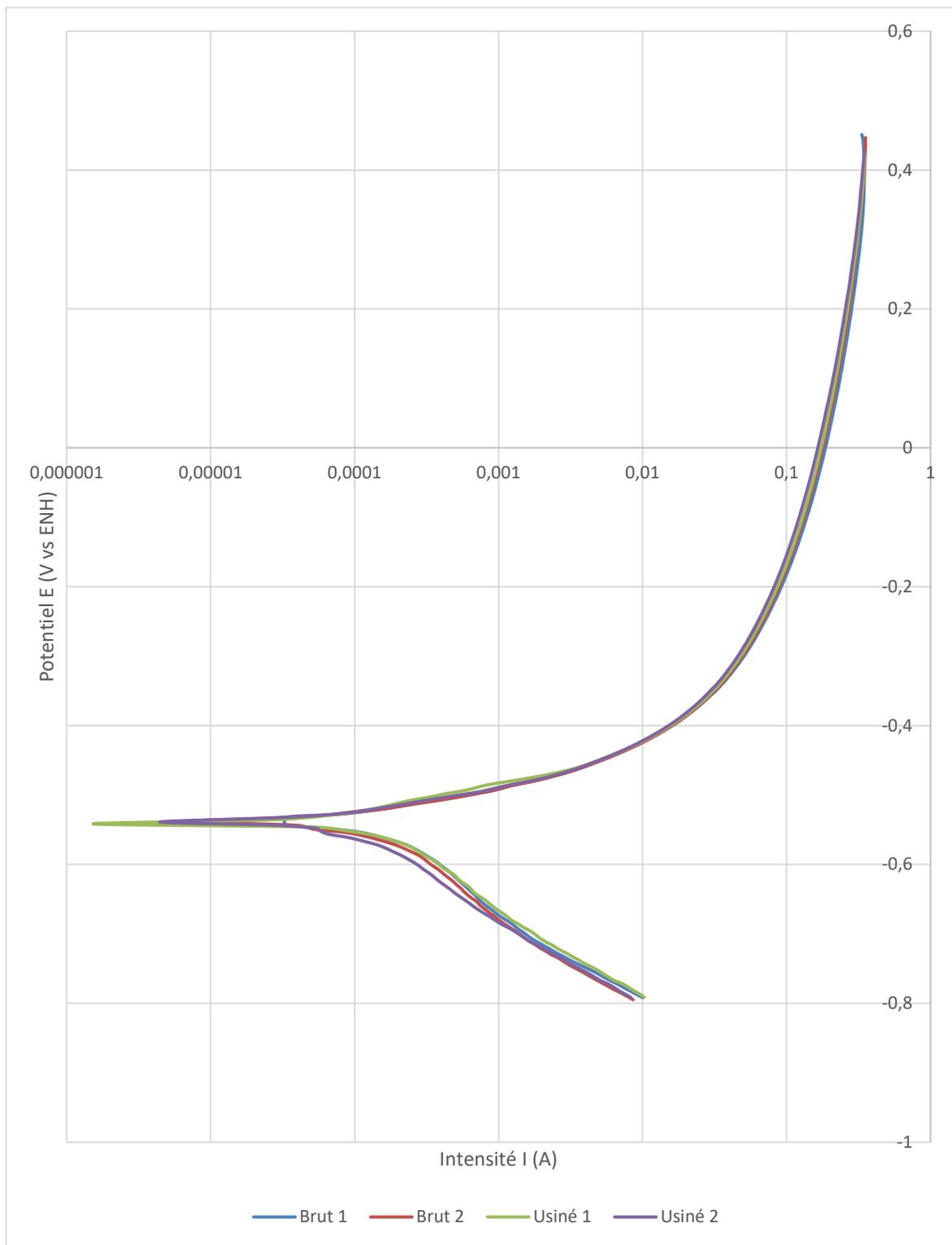


Figure VII.4. Polissage avec inhibiteur de corrosion à 80 mg/L de fer dissous.

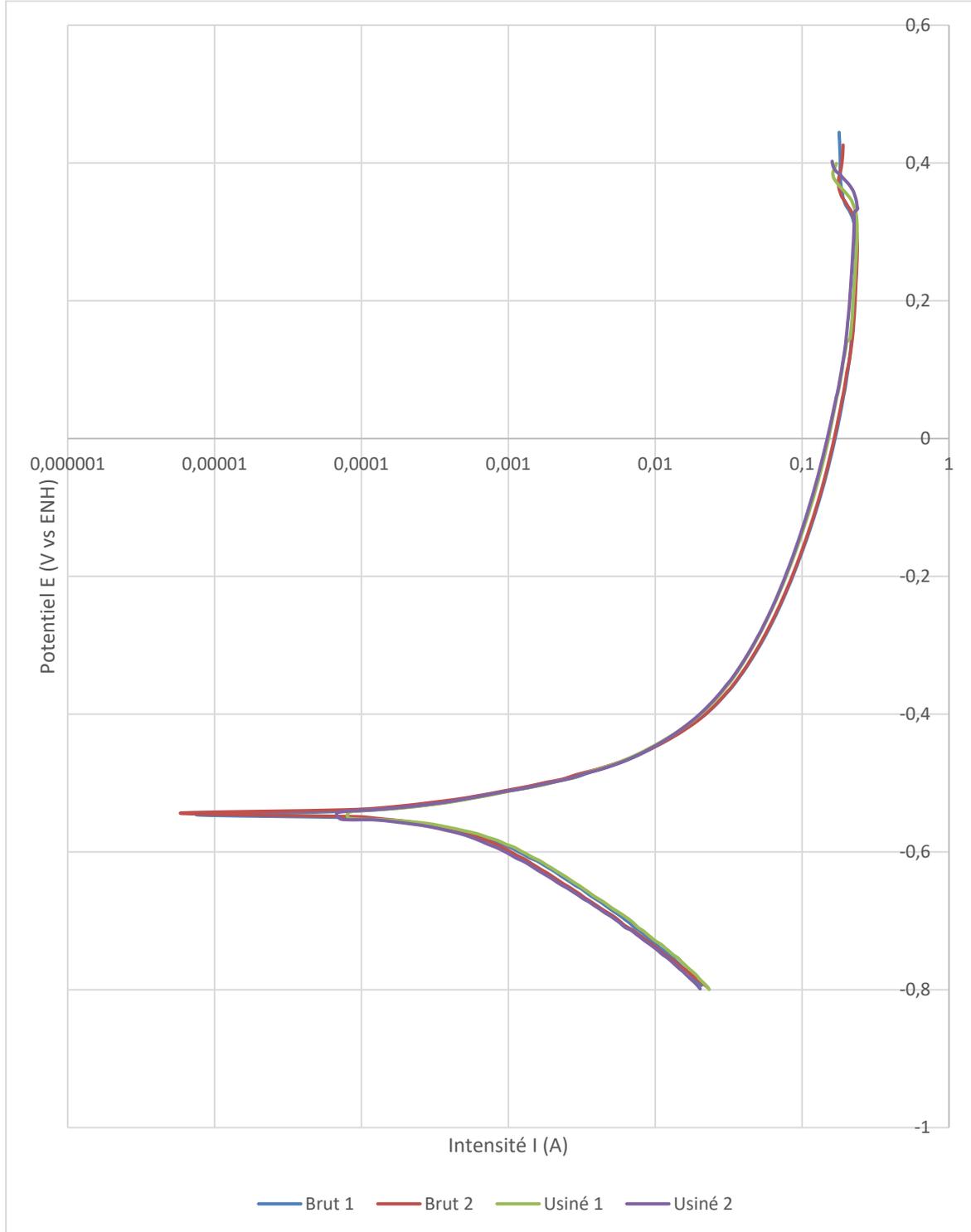


Figure VII.5. Polissage avec saturation en inhibiteur de corrosion (maintien à 0 mg/L de fer dissous).

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- A 03-405, *Produits métalliques, Essais de fatigue - Traitement statistique des données*. (1991). AFNOR.
- Afkhami, S., Dabiri, M., Alavi, S. H., Björk, T., & Salminen, A. (2019). Fatigue characteristics of steels manufactured by selective laser melting. *International Journal of Fatigue*, 122, 72-83. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.12.029>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S014211231830745X>
- Antoni, L., & Galerie, A. (2003). Corrosion sèche des métaux - Mécanismes. *Techniques de l'ingénieur Corrosion et vieillissement : phénomènes et mécanismes, base documentaire : TIB371DUO*(ref. article : m4221). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/corrosion-et-vieillissement-phenomenes-et-mecanismes-42371210/corrosion-seche-des-metaux-m4221/>
- ASTM E18, *Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials*. West Conshohocken, PA: ASTM International. Repéré à [www.astm.org](http://www.astm.org)
- ASTM E407-07e1, *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*. (2012). West Conshohocken, PA: ASTM International.
- Bezuidenhout, M., Ter Haar, G., Becker, T., Rudolph, S., Damm, O., & Sacks, N. (2020). The effect of HF-HNO<sub>3</sub> chemical polishing on the surface roughness and fatigue life of laser powder bed fusion produced Ti6Al4V. *Materials Today Communications*, 25, 10. doi: 10.1016/j.mtcomm.2020.101396. Repéré à [WOS:000600971300006](https://www.wos.com/doi/10.1016/j.mtcomm.2020.101396)
- Brent, D., Saunders, T. A., Garcia Moreno, F., & Tyagi, P. (2016). Taguchi Design of Experiment for the Optimization of Electrochemical Polishing of Metal Additive Manufacturing Components. Dans *ASME 2016 International Mechanical Engineering Congress and Exposition* (Vol. Volume 2: Advanced Manufacturing). V002T02A014. doi: 10.1115/imece2016-67492. Repéré à <https://doi.org/10.1115/IMECE2016-67492>

BS ISO 12107:2003, *Metallic materials — Fatigue testing — Statistical planning and analysis of data*. British Standard.

Butola, R., Jain, R., Bhangadia, P., Bandhu, A., Walia, R. S., & Murtaza, Q. (2018). Optimization to the parameters of abrasive flow machining by Taguchi method. *Materials Today: Proceedings*, 5(2, Part 1), 4720-4729. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.12.044>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785317330195>

Buvron, M., & Combe, C. (2018). Dégradation de surface des pièces métalliques en traitement thermique. *Techniques de l'Ingénieur*.

Casati, R., Lemke, J. N., Tuissi, A., & Vedani, M. (2016). Aging Behaviour and Mechanical Performance of 18-Ni 300 Steel Processed by Selective Laser Melting. *Metals*, 6(9), 218. Repéré à <https://www.mdpi.com/2075-4701/6/9/218>

Colorful Iron Complexes - Transition Metal Complex Ions. (2016). *Flinn Scientific*.

Depétris-Wéry, M. (2019). Décapage en milieu aqueux. *Techniques de l'Ingénieur*.

Deruelle, J. (1998). Préparation des surfaces - Introduction. *Techniques de l'Ingénieur*.

Dibbell, D., Iverson, R., Jones, W., & Laub, D. (1970). Hydrofluoric acid burns of the hand. *J Bone Joint Surg Am.*, 52(5):931-6.

Diegel, O., Nordin, A., & Motte, D. (2019). *A Practical Guide to Design for Additive Manufacturing* (1 éd.). Springer Singapore. doi: 10.1007/978-981-13-8281-9

Dolimont, A., Demarbaix, A., Ducobu, F., & Riviere-Lorphevre, E. (2019). Chemical etching as a finishing process for Electron Beam Melting (EBM) Parts. Dans L. Galdos, P. Arrazola, E. S. DeArgandona, N. Otegi, J. Mendiguren, A. Madariaga & M. S. DeBuruaga (Éds.), *Proceedings of the 22nd International Esaform Conference on Material Forming* (Vol. 2113). Melville: Amer Inst Physics. doi: 10.1063/1.5112696. Repéré à [Go to ISI://WOS:000557826700191](https://www.wos.com/000557826700191)

- Dorenlor, J. (2021). *Contribution à l'étude du comportement en corrosion et des évolutions microstructurales d'alliages Ni-Co : application au cas d'un alliage Ni-20Co utilisé dans l'aéronautique* (Normandie Université).
- Duval-Chaneac, M. S., Han, S., Claudin, C., Salvatore, F., Bajolet, J., & Rech, J. (2018). Characterization of maraging steel 300 internal surface created by selective laser melting (SLM) after abrasive flow machining (AFM). *Procedia CIRP*, 77, 359-362. doi: <https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.09.035>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2212827118311910>
- E8/E8M-13a, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*. (2013). West Conshohocken, PA: ASTM International.
- EOS. (2017). *Material Data Sheet : EOS MaragingSteel MS1*.
- Fabrication additive métallique – Les fondamentaux*. (2019). CENTRE TECHNIQUE DES INDUSTRIES MÉCANIQUES (Cetim).
- Guo, W. F., Guo, C., & Zhu, Q. (2019). Heat Treatment Behavior of the 18Ni300 Maraging Steel Additively Manufactured by Selective Laser Melting. *Materials Science Forum*, 941, 2160-2166. doi: [10.4028/www.scientific.net/MSF.941.2160](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.941.2160). Repéré à <https://www.scientific.net/MSF.941.2160>
- Hall, A. M., & Slunder, C. J. (1968). *The metallurgy, behavior, and application of the 18-percent nickel maraging steels*. Battelle Memorial Institute, Columbus Laboratories: NASA.
- Hassanin, H., Elshaer, A., Benhadj-Djilali, R., Modica, F., & Fassi, I. (2018). Surface Finish Improvement of Additive Manufactured Metal Parts. Dans K. Gupta (Éd.), *Micro and Precision Manufacturing* (pp. 145-164). Cham: Springer International Publishing. doi: [10.1007/978-3-319-68801-5\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-319-68801-5_7). Repéré à [https://doi.org/10.1007/978-3-319-68801-5\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-319-68801-5_7)
- ISO 3274:1998, Spécification géométrique des produits (GPS) – État de surface : Méthode du profil – Caractéristiques nominales des appareils à contact (palpeur)*. AFNOR.

ISO 4288:1998, *Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface: Méthode du profil — Règles et procédures pour l'évaluation de l'état de surface*. AFNOR.

ISO 5436-1:2000, *Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface : Méthode du profil ; Étalons – Partie 1 : Mesures matérialisées*. AFNOR.

ISO 12179:2000, *Spécification géométrique des produits (GPS) – État de surface : Méthode du profil – Étalonnage des instruments à contact (palpeur)*. AFNOR.

Itterbeek, R. (1998). *Abaques et formules pour le calcul de la fatigue des alliages ferreux*.

Jean, C. (2012). *Guide de sous-traitance des traitements de surface et de la peinture industrielle*. Lavoisier. Repéré à <https://books.google.ca/books?id=dUXvAQAAQBAJ>

JSME S002-1981, *Standard Method of Statistical Fatigue Testing*. Japanese Industrial Standards.

Klobčar, D., Tušek, J., Taljat, B., Kosec, L., & Pleterski, M. (2008). Aging of maraging steel welds during aluminium alloy die casting. *Computational Materials Science*, 44(2), 515-522. doi: <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2008.04.011>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927025608002061>

Kučerová, L., Zetková, I., Jandová, A., & Bystrianský, M. (2019). Microstructural characterisation and in-situ straining of additive-manufactured X3NiCoMoTi 18-9-5 maraging steel. *Materials Science and Engineering: A*, 750, 70-80. doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.041>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509319302047>

Kumbhar, N. N., & Mulay, A. V. (2018). Post Processing Methods used to Improve Surface Finish of Products which are Manufactured by Additive Manufacturing Technologies: A Review. *Journal of The Institution of Engineers (India): Series C*, 99(4), 481-487. doi: 10.1007/s40032-016-0340-z. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s40032-016-0340-z>

Kwon, Y. J., Casati, R., Coduri, M., Vedani, M., & Lee, C. S. (2019). Hydrogen Embrittlement Behavior of 18Ni 300 Maraging Steel Produced by Selective Laser

Melting. *Materials (Basel, Switzerland)*, 12(15), 2360. doi: 10.3390/ma12152360. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6695866/>

Lamb, V. A., Young, J. P., & Ng, W. H. (1973). *Surface Preparation of Maraging Steel for Electroplating*.

Laurent, A., & Alain, G. (2002). Corrosion sèche des métaux Cas industriels : oxydation, carburation. *Techniques de l'ingénieur Corrosion et vieillissement : phénomènes et mécanismes, base documentaire : TIB371DUO*(ref. article : m4224). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/corrosion-et-vieillissement-phenomenes-et-mecanismes-42371210/corrosion-seche-des-metaux-m4224/>

Lavigne, L. (1991). *Évaluation d'essais de corrosion réalisés en laboratoire et dans un épurateur humide* (UQAC).

Le fer. *Université du Maine - Faculté des sciences*.

Łyczkowska, E., Szymczyk, P., Dybała, B., & Chlebus, E. (2014). Chemical polishing of scaffolds made of Ti-6Al-7Nb alloy by additive manufacturing. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 14(4), 586-594. doi: <https://doi.org/10.1016/j.acme.2014.03.001>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S164496651400048X>

MacKenzie, D. S., & Totten, G. E. (2005). *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys*. CRC Press. Repéré à [https://books.google.ca/books?id=AVB9c\\_m48toC](https://books.google.ca/books?id=AVB9c_m48toC)

Matos, M. A., Rocha, A. M. A. C., & Costa, L. A. (2021). Many-objective optimization of build part orientation in additive manufacturing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 112(3), 747-762. doi: 10.1007/s00170-020-06369-5. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s00170-020-06369-5>

McCulley, J., Whiting, D., Pettitt, M., & Lauber, S. (1983). Hydrofluoric acid burns of the eye. *J Occup Med*, 25, 447-450.

Meneghetti, G., Rigon, D., & Gennari, C. (2019). An analysis of defects influence on axial fatigue strength of maraging steel specimens produced by additive manufacturing. *International Journal of Fatigue*, 118, 54-64. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.034>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112318304468>

Mooney, B., Kourousis, K. I., & Raghavendra, R. (2019). Plastic anisotropy of additively manufactured maraging steel: Influence of the build orientation and heat treatments. *Additive Manufacturing*, 25, 19-31. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.10.032>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860418305542>

Mutua, J., Nakata, S., Onda, T., & Chen, Z.-C. (2018). Optimization of selective laser melting parameters and influence of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of maraging steel. *Materials & Design*, 139, 486-497. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.11.042>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127517310730>

*NF EN 6072:2012, Matériaux métalliques — Méthodes d'essai — Essai de fatigue à amplitude constante.* AFNOR.

*NF EN ISO 4287:1998, Spécification géométrique des produits (GPS) — État de surface: Méthode du profil — Termes, définitions et paramètres d'état de surface.* AFNOR.

*NF EN ISO 6892-1:2016, Matériaux métalliques — Essai de traction — Partie 1 : Méthode d'essai à température ambiante.* AFNOR.

Noda, N. A., Sera, M., & Takase, Y. (1995). Stress concentration factors for round and flat test specimens with notches. *International Journal of Fatigue*, 17(3), 163-178. doi: [https://doi.org/10.1016/0142-1123\(95\)98937-X](https://doi.org/10.1016/0142-1123(95)98937-X). Repéré à <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/014211239598937X>

Nutal, N. (2019). Finition de surface de pièces produites par fabrication additive. *Techniques de l'Ingénieur*.

Pal, S., Gubeljak, N., Boncina, T., Hudak, R., Toth, T., Zivcak, J., . . . Igor, D. (2021). The effects of locations on the build tray on the quality of specimens in powder bed

additive manufacturing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 112. doi: 10.1007/s00170-020-06563-5

Parry, V. (2015). Corrosion sèche des métaux Méthodes d'étude. *Techniques de l'ingénieur Corrosion et vieillissement : phénomènes et mécanismes, base documentaire : TIB371DUO*(ref. article : m4220). Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/materiaux-th11/corrosion-et-vieillissement-phenomenes-et-mecanismes-42371210/corrosion-seche-des-metaux-m4220/>

Pellereau, H., Cuntz, J., & Cordier, F. (1994). Usinage chimique. *Techniques de l'Ingénieur*.

Pilkey, W. D. (1997). *Peterson's Stress Concentration Factors, Second Edition*.

Poornima, T., Nayak, J., & Shetty, N. (2010). Corrosion of Aged and Annealed 18 Ni 250 Grade Maraging Steel in Phosphoric Acid Medium. *International Journal of Electrochemical Science*, 5.

. Properties and Selection: Irons and Steels. (1978). Dans ASM (Éd.), *Metals Handbook, 9th Edition* (Vol. 1, pp. 451).

Pyka, G., Burakowski, A., Kerckhofs, G., Moesen, M., Van Bael, S., Schrooten, J., & Wevers, M. (2012). Surface Modification of Ti6Al4V Open Porous Structures Produced by Additive Manufacturing. *Advanced Engineering Materials*, 14(6), 363-370. doi: 10.1002/adem.201100344. Repéré à <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adem.201100344>

Ramamurthy, S., & Atrens, A. (2013). Stress corrosion cracking of high-strength steels. *Corrosion Reviews*, 31(1), 1. doi: <https://doi.org/10.1515/corrrev-2012-0018>. Repéré à <https://www.degruyter.com/view/journals/corrrev/31/1/article-p1.xml>

*Report on the fourth maraging-steel project review*. (1964).

Rezek, J., Klein, I. E., & Yahalom, J. (1997). Electrochemical properties of protective coatings on maraging steel. *Corrosion Science*, 39(2), 385-397. doi: [https://doi.org/10.1016/S0010-938X\(97\)83353-7](https://doi.org/10.1016/S0010-938X(97)83353-7). Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X97833537>

- Roark, R. J., Young, W. C., & Budynas, R. G. (2002). *Roark's formulas for stress and strain, 6th ed.* New York: McGraw-Hill.
- Santos, L. P. M., Béréš, M., Bastos, I. N., Tavares, S. S. M., Abreu, H. F. G., & Gomes da Silva, M. J. (2015). Hydrogen embrittlement of ultra high strength 300 grade maraging steel. *Corrosion Science, 101*, 12-18. doi: 10.1016/j.corsci.2015.06.022. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0010938X15002942>
- Soro, N., Saintier, N., Attar, H., & Dargusch, M. S. (2020). Surface and morphological modification of selectively laser melted titanium lattices using a chemical post treatment. *Surface & Coatings Technology, 393*, 11. doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.125794. Repéré à [Go to ISI://WOS:000532676600053](http://www.isinet.com/WOS:000532676600053)
- Srinivasan, P. B., Marikkannu, C., Ramu, S., & Balakrishnan, K. (1994). Corrosion of maraging steels in chloride solutions. *British Corrosion Journal, 29*(2), 132-135. doi: 10.1179/000705994798267782. Repéré à <https://doi.org/10.1179/000705994798267782>
- Strakosova, A., Kubásek, J., Michalcová, A., Průša, F., Vojtěch, D., & Dvorský, D. (2019). High Strength X3NiCoMoTi 18-9-5 Maraging Steel Prepared by Selective Laser Melting from Atomized Powder. *Materials (Basel, Switzerland), 12*(24), 4174. doi: 10.3390/ma12244174. Repéré à <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/31842323>  
<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6947205/>
- Su, M. (2015). Hydrofluoric Acid and Fluorides. *Goldfrank's Toxicologic Emergencies 10e éd.*
- Tait, S. (2001). Increase Your Confidence in Corrosion Test Data. *MATERIALS PERFORMANCE*.
- Tan, C., Zhou, K., Ma, W., Zhang, P., Liu, M., & Kuang, T. (2017). Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel. *Materials & Design, 134*, 23-34. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.08.026>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127517307724>

- Tan, C., Zhu, K., Tong, X., Huang, Y., Li, J., Ma, W., . . . Tongchun, K. (2016). *Microstructure and Mechanical Properties of 18Ni-300 Maraging Steel Fabricated by Selective Laser Melting*. doi: 10.2991/icadme-16.2016.66
- Tyagi, P., Goulet, T., Riso, C., & Garcia-Moreno, F. (2019). Reducing surface roughness by chemical polishing of additively manufactured 3D printed 316 stainless steel components. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 100(9), 2895-2900. doi: 10.1007/s00170-018-2890-0. Repéré à <https://doi.org/10.1007/s00170-018-2890-0>
- Tyagi, P., Goulet, T., Riso, C., Stephenson, R., Chuenprateep, N., Schlitzer, J., . . . Garcia-Moreno, F. (2019). Reducing the roughness of internal surface of an additive manufacturing produced 316 steel component by chempolishing and electropolishing. *Additive Manufacturing*, 25, 32-38. doi: 10.1016/j.addma.2018.11.001. Repéré à [Go to ISI://WOS:000456378800004](http://www.isinet.com/Go-to-ISI/WOS/000456378800004)
- Tytgat, D., Lefevre, P., & Marechal, M. (1989). *Brevet Europe*. S. C. S. ANONYME).
- Vander Voort, G. F., Lucas, G. M., & Manilova, E. P. (2004). Metallography and Microstructures of Stainless Steels and Maraging Steels. Dans G. F. Vander Voort (Éd.), *Metallography and Microstructures* (Vol. 9, pp. 0). ASM International. doi: 10.31399/asm.hb.v09.a0003767. Repéré à <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v09.a0003767>
- Wéry, M. (2001a). Décapage chimique des surfaces métalliques. *Techniques de l'Ingénieur*.
- Wéry, M. (2001b). Décapage des métaux. *Techniques de l'Ingénieur*.
- Yin, S., Chen, C., Yan, X., Feng, X., Jenkins, R., O'Reilly, P., . . . Lupoi, R. (2018). The influence of aging temperature and aging time on the mechanical and tribological properties of selective laser melted maraging 18Ni-300 steel. *Additive Manufacturing*, 22, 592-600. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.06.005>. Repéré à <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214860418302999>
- Zhang, Y. F., Li, J. Z., Che, S. H., Yang, Z. D., & Tian, Y. W. (2019). Chemical leveling mechanism and oxide film properties of additively manufactured Ti-6Al-4V alloy. *Journal of Materials Science*, 54(21), 13753-13766. doi: 10.1007/s10853-019-03855-4. Repéré à [Go to ISI://WOS:000482115200023](http://www.isinet.com/Go-to-ISI/WOS/000482115200023)

