







# Offre de thèse au Groupe de Physique des Matériaux, CNRS UMR 6634, Rouen, France

# Mesure de contraintes résiduelles multiaxiales à l'échelle locale d'un matériau polycristallin par couplage FIB-CIN-EF et application à des aciers innovants

#### **Contexte**

Les procédés d'élaboration ou d'assemblage de pièces métalliques mettant en œuvre de hauts apports énergétiques conduisent, de manière intrinsèque (fonderie, Fusion sur lit de poudre) ou en conséquence non souhaitée (soudage), à des transformations de phase combinées à des chargements mécaniques dus aux gradients thermiques [1]. Cette combinaison peut engendrer des états de contraintes résiduelles à hauteur de quelques centaines de MPa. Être en capacité de mesurer ces états de contraintes résiduelles est un enjeu majeur dans les démarches d'intégration de ces pièces dans des systèmes réels. Ces contraintes peuvent effectivement être à l'origine de comportements inattendus de la pièce en fonctionnement; réponse contrainte-déformation perturbée, mécanismes d'endommagements prématurés, réduction de durée de vie en fatigue, etc. Différentes techniques sont disponibles pour effectuer ces mesures (méthode du perçage, diffraction de rayons X ou de neutrons) mais elles ne sont applicables qu'à des échelles supérieures au mm. Cette limitation tient en particulier au fait que le domaine d'étude caractérisé est supposé homogène et isotrope. Ces techniques ne sont donc pas applicables pour déterminer des états de contraintes à l'échelle locale d'un grain d'alliage métallique dans un contexte polycristallin. Or la connaissance des états de contraintes résiduelles à cette échelle intragranulaire est un point clé de la compréhension et de la caractérisation des relations procédé-propriétés en Fabrication Additive (FA) par Fusion sur Lit de Poudres (LPBF) [2]. Deux enjeux majeurs sont attachés à cette caractérisation : (i) appréhender les risques de fissuration lors de la fabrication d'une pièce (risques et conséquences d'autant plus importants que la pièce est grande), (ii) guider la programmation d'une fabrication en termes de paramétrie de LPBF au sens large (trajectoire de lasage, énergie d'apport etc.), ce qui reste en l'état des connaissances de la FA un fort enjeu.

## Objectifs généraux

Ces travaux de thèse visent à développer et utiliser une technique inspirée du perçage (échelle de quelques mm) à l'échelle du micron. Elle consiste à enlever de la matière, ce qui relaxe localement les contraintes résiduelles présentes dans le matériau, amenant à une variation dimensionnelle. Ainsi, des contraintes résiduelles de compression conduisent à une expansion locale de la matière lors de l'enlèvement de matière, et à une contraction dans le cas de contraintes de traction. Pour mesurer les variations dimensionnelles, la surface de l'alliage est imagée par Microscopie Électronique à Balayage (MEB), tandis que l'usinage micrométrique est réalisé à l'aide d'une sonde ionique focalisée (FIB : Focused Ion Beam). Les variations dimensionnelles étant très fines, de l'ordre de plusieurs nm, même avec la résolution du MEB, les mesures sont difficilement exploitables. Afin de mesurer des déformations inférieures au pixel, la corrélation d'images est nécessaire (DIC : Digital Image Correlation). Cette technique FIB-DIC a une quinzaine d'année [3] et est bien documentée dans la littérature [4][5][6], avec dans la majorité des cas les mêmes hypothèses que les travaux à plus grande échelle concernant l'isotropie du comportement mécanique [7].

#### Démarche

Une phase de mise en place et de calibration de la méthode générale sera réalisée sur un échantillon de calibration pour lequel les contraintes résiduelles sont connues :

- Mise en place de la technique expérimentale : optimisation de l'acquisition des images MEB, l'usinage au FIB, la réalisation de mouchetis optimisés micrométriques à l'aide du microscope électronique et de son système d'injection de gaz.
- Optimiser les procédés de traitement de données par corrélation d'images.
- Coupler ces expériences avec la modélisation par éléments finis (EF). La simulation EF permettra de prendre en compte la microstructure granulaire (morphologie et orientations cristallographiques mesurées au préalable par EBSD) lors de l'opération d'ablation FIB et de la déformation résultante, pour finalement pouvoir estimer l'état de contraintes résiduelles par confrontation aux mesures de champs expérimentales.

Enfin tous ces outils pourront être utilisés sur des aciers innovants :

- Acier 316 L fabriqué par LPBF afin d'améliorer notre compréhension de la répartition et de l'amplitude des contraintes internes à différents niveaux de la microstructure : (bain de fusion, grains équiaxes ou colonnaires...) et en fonction de la paramétrie de fabrication (stratégie de lasage, énergie déposée...). Les résultats pourront être confrontés à des expériences de diffraction de neutrons réalisées sur ce même matériau [9].
- Acier duplex austéno-ferritique pour lequel il a été montré en appliquant cette méthode qu'une phase présente des contraintes résiduelles de traction tandis que l'autre présente des contraintes internes de compression [8]. Une étude plus systématique en multipliant les essais à différentes distances des interphases pourrait permettre de détecter la présence de gradients de contraintes dans la microstructure. L'application de la modélisation par éléments finis permettra d'améliorer la qualité de l'estimation des contraintes internes mais aussi de mieux appréhender la répartition de ces contraintes dans la microstructure.

#### **Moyens**

Le GPM a débuté ses propres développements au travers de différents travaux : un contrat ingénieur en collaboration avec un post-doctorant (Pacou et Carpier, 2020), quelques contributions de la thèse de Dashti (2022), et un stage de M2 dédié à ce développement (Boulet, 2023) [8].

Le GPM dispose d'un parc instrumental de haut niveau, incluant des dispositifs MEB-FIB particulièrement bien adaptés à ce projet : un FIB Helios G5 UX pouvant être piloté avec des méthodes avancées d'automatisation, permettant un grand nombre d'analyses et à une représentativité statistique ; un FIB Helios G5 CXe muni d'une source plasma permettant de réaliser des usinages plus rapides, ouvrant l'applicabilité de la méthode à une échelle méso-scopique (de l'ordre de plusieurs dizaines de microns).

A ces moyens sont associées les compétences de l'équipe encadrante : MEB/FIB, CIN et analyses mécaniques au sens large, analyses par Éléments Finis (EF) en contexte polycristallin, desquelles seront tirés les états de contraintes correspondant aux champs de déformations mesurés (Figure 1). L'originalité des développements visés concerne le couplage expérience/simulation numérique permettant, sans hypothèse préalable du comportement mécanique isotrope, la prise en compte du contexte polycristallin dans lequel les déformations de relaxation se mettent en place au cours de l'usinage : non seulement l'orientation du grain usiné mais aussi sa forme et les caractéristiques des grains dans le voisinage proche.

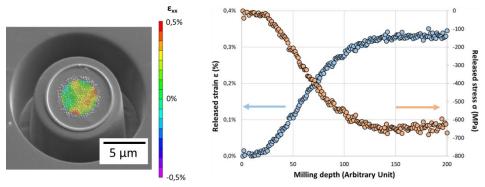


Figure 1 : Mesures CIN du champ de déformation sur chaque image, déformation ε et contraintes σ mesurée pour chaque étape d'usinage. Cet essai démontre la présence de contraintes de traction dans une phase d'un acier biphasé austéno-ferritique.

# Profil de candidat

La personne recrutée doit être diplômée ingénieur ou Master2 en mécanique ou science des matériaux avec des compétences sur la mécanique des matériaux en lien avec leur microstructure et sur l'analyse par éléments finis. Une expérience en microscopie électronique serait un plus. Elle doit avoir le goût de l'analyse expérimentale (MEB-FIB) et du traitement de données en lien avec la modélisation (CIN-EF). Le dossier de candidature inclura CV + lettre de motivation + relevés de notes des 2 dernières années d'études ainsi que si possible une lettre de recommandation.

## **Encadrement**

Ronan HENRY, Ingénieur de recherche CNRS/GPM : <a href="mailto:ronan.henry@univ-rouen.fr">ronan.henry@univ-rouen.fr</a>
Fabrice Barbe, Enseignant-chercheur INSA Rouen/GPM : <a href="mailto:fabrice.barbe@insa-rouen.fr">fabrice.barbe@insa-rouen.fr</a>
Benoit Vieille, Enseignant-chercheur INSA Rouen/GPM : <a href="mailto:benoit.vieille@insa-rouen.fr">benoit.vieille@insa-rouen.fr</a>

# Références

- [1] A. Tabatabaeian, A. R. Ghasemi, M. M. Shokrieh, B. Marzbanrad, M. Baraheni, and M. Fotouhi, "Residual Stress in Engineering Materials: A Review," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 24, no. 3, pp. 1–28, 2022, doi: 10.1002/adem.202100786.
- [2] P. Mercelis and J. P. Kruth, "Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting," *Rapid Prototyp. J.*, vol. 12, no. 5, pp. 254–265, 2006, doi: 10.1108/13552540610707013.
- [3] A. M. Korsunsky, M. Sebastiani, and E. Bemporad, "Focused ion beam ring drilling for residual stress evaluation," *Mater. Lett.*, vol. 63, no. 22, pp. 1961–1963, 2009, doi: 10.1016/j.matlet.2009.06.020.
- [4] A. J. G. Lunt and A. M. Korsunsky, "A review of micro-scale focused ion beam milling and digital image correlation analysis for residual stress evaluation and error estimation," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 283, pp. 373–388, 2015, doi: 10.1016/j.surfcoat.2015.10.049.
- [5] R. Guillon *et al.*, "An Estimation of Local Residual Stresses in Amorphous and Crystallized Trivalent Chromium Coatings," *Coatings*, vol. 13, no. 1, 2023, doi: 10.3390/coatings13010124.
- [6] E. Salvati, L. Romano-Brandt, M. Z. Mughal, M. Sebastiani, and A. M. Korsunsky, "Generalised residual stress depth profiling at the nanoscale using focused ion beam milling," *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 125, pp. 488–501, 2019, doi: 10.1016/j.jmps.2019.01.007.
- [7] E. Salvati, T. Sui, and A. M. Korsunsky, "Uncertainty quantification of residual stress evaluation by the FIB-DIC ring-core method due to elastic anisotropy effects," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 87, pp. 61–69, 2016, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2016.02.031.
- [8] B. Boulet, "Mesures des contraintes résiduelles par imagerie MEB/FIB combinée à une technique de mesure de champs," *Poster sfμ*, 2023.
- [9] C.-H. Yu *et al.*, "Effect of Stress Relief Heat Treatment on Low Cycle Fatigue Behaviours of Lpbf Stainless Steel 316I," *SSRN Electron. J.*, 2022, doi: 10.2139/ssrn.4159502.